



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

## MODIFIKACE MIKROSTRUKTURY OXIDU HLINITÉHO PRO BALISTICKÉ TESTOVÁNÍ

ALUMINIUM OXIDE CERAMICS MICROSTRUCTURE MODIFICATION FOR  
BALLISTIC TESTING

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE  
BACHELOR THESIS

AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

Ondřej ROLEK

VEDOUCÍ PRÁCE  
SUPERVISOR

Ing. Jakub ROLEČEK

BRNO 2015

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2014/2015

## **ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE**

student(ka): Ondřej Rolek

který/která studuje v **bakalářském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911R011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

**Modifikace mikrostruktury keramiky z oxidu hlinitého pro balistické testování**

v anglickém jazyce:

**Aluminium oxide ceramics microstructure modification for ballistic testing**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Keramické destičky, případně tělesa jiného tvaru, z oxidu hlinitého ( $Al_2O_3$ ) jsou v současné době nejpoužívanějším keramickým materiálem používaným pro balistickou ochranu osob i vozidel. Metoda lití keramické suspenze na nasákavou formu (slip-casting) je jednoduchou a levnou metodou tvarování keramických těles. Cílem je ověřit možnost modifikace struktury výsledného keramického tělesa pomocí změny nasákavosti formy, vlastností keramické suspenze a sušící sekvence. Celý tento proces výroby by následně měl být optimalizován tak, aby finální tělesa z  $Al_2O_3$  mohla být použita pro balistické testy.

Cíle bakalářské práce:

Experimentálně ověřit možnost ovlivnění mikrostruktury keramických těles z oxidu hlinitého ( $Al_2O_3$ ) pomocí modifikace metody lití suspenze na nasákavou podložku (slip-casting).

Seznam odborné literatury:

1. CARTER, C a M NORTON. Ceramic materials: science and engineering. New York: Springer, 2007, xxii, 716 p. ISBN 03-874-6270-8.
2. LEWIS, Jennifer A., Süleyman TEKELİ a Metin GÜRÜ. Colloidal Processing of Ceramics. Journal of the American Ceramic Society. 2004, vol. 83, issue 10, s. 729-734. DOI: 10.4028/0-87849-959-8.729.
3. BRISCOE, B.J., G. Lo BIUNDO a N. ÖZKAN. Drying kinetics of water-based ceramic suspensions for tape casting. Ceramics International. 1998, vol. 24, issue 5, s. 347-357. DOI: 10.1016/s0272-8842(97)00021-7.

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Jakub Roleček

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2014/2015.

V Brně, dne 8.4.2015

L.S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
Ředitel ústavu

---

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
Děkan fakulty

## ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá popisem základních tvarovacích metod keramických materiálů se zaměřením na metodu suspenzního lití a průběhem sušícího procesu keramických těles připravených touto metodou. Následná experimentální část prezentuje použití metody suspenzního lití k přípravě keramických destiček z oxidu hlinitého, vhodných pro balistickou ochranu osob a vozidel. V rámci této části jsou také podrobně popsány možnosti modifikace nasákavé formy s ohledem na výsledné vlastnosti keramických těles z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zejména jejich relativní hustotu. V praktické části je také uveden vliv slinovací teploty na výslednou relativní hustotu keramických těles také na jejich mikrostrukturu, konkrétně velikost zrna. V rámci této práce byla připravena keramická tělesa z oxidu hlinitého s nízkou hodnotou velikost zrna ( $1,18 \mu\text{m}$ ) a s vysokou relativní hustotou přesahující 99 %, která budou podrobena balistickým testům.

## Klíčová slova

suspenzní lití, nasákavá forma, oxid hlinitý, mikrostruktura, keramický pancíř

## ABSTRACT

This bachelor thesis describes basic shaping methods of ceramic materials and drying processes of wet ceramics, with concern of slip casting method. The experimental part of this thesis presents the usage of slip casting method for preparation of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ceramic plates, suitable for personal and vehicle ballistic protection. Tailoring of the slip casting plaster molds, with regard to the resulting properties of the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ceramic body, in particular its relative density, is also described in this part. The influence of sintering temperature on final relative density of ceramic samples and on their microstructure especially their grain size is also shown in the practical. Bulk ceramic samples suitable for upcoming ballistic testing with low grain size ( $1,18 \mu\text{m}$ ) and high relative density exceeding 99 % were prepared from alumina.

## Keywords

slip casting, slip casting plaster mold, alumina, microstructure, ceramic armour

ROLEK, O. *Modifikace mikrostruktury keramiky z oxidu hlinitého pro balistické testování*. Brno 2015. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav strojírenské technologie. 40 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Jakub Roleček.

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma **Modifikace mikrostruktury keramiky z oxidu hlinitého pro balistické testování** vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, které jsou součástí této práce.

---

Datum

---

Ondřej Rolek

## PODĚKOVÁNÍ

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Jakubu Rolečkovi za cenné připomínky, pedagogické vedení a pomoc při zpracování této práce. Také bych rád poděkoval Ing. Davidu Salamonovi , Ph.D. za pomoc při realizaci experimentální části a všem dalším pracovníkům Odboru keramiky a polymerů Ústavu materiálových věd za pomoc rady a podněty při zpracování tohoto tématu.

## OBSAH

<b>1</b>	<b>Úvod .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Cíle práce.....</b>	<b>2</b>
<b>3</b>	<b>Teoretická část .....</b>	<b>3</b>
3.1	Příprava práškového materiálu .....	3
3.1.1	Vibrační mletí .....	3
3.1.2	Attritor .....	3
3.1.3	Kulový mlýn .....	4
3.2	Tvarovací metody keramického polotovaru .....	4
3.2.1	Suché tvarování .....	4
3.2.2	Plastické metody.....	6
3.2.3	Tvarování bez forem.....	7
3.2.4	Mokrý tvarování .....	9
3.3	Sušení a odstraňování pojiva keramických polotovarů .....	11
3.3.1	Etapa konstantní rychlosti sušení .....	12
3.3.2	Etapa poklesu rychlosti sušení I .....	14
3.3.3	Etapa poklesu rychlosti sušení II .....	15
3.4	Finální tvarová úprava .....	15
<b>4</b>	<b>Experimentální část.....</b>	<b>17</b>
4.1	Použité Materiály .....	17
4.2	Příprava keramických vzorků .....	18
4.2.1	Příprava keramické suspenze.....	18
4.2.2	Příprava nasákavých forem .....	18
4.2.3	Proces odlévání suspenze a sušení.....	19
4.2.4	Vypalování organického pojiva (žihání) .....	20
4.2.5	Slinování.....	21
4.3	Metody hodnocení vzorků .....	23
4.3.1	Měření nasákavosti forem .....	23
4.3.2	Příprava vzorku pro pozorování mikrostruktury .....	23
4.3.3	Měření hustoty .....	24
4.3.4	Hodnocení mikrostruktury vzorků .....	26
<b>5</b>	<b>Výsledky .....</b>	<b>27</b>
5.1	Nasákavost forem .....	27
5.2	Relativní hustoty vzorků po odstranění binderu .....	28
5.3	Relativní hustoty slinutých vzorků .....	30
5.4	Měření velikosti zrna .....	32
<b>6</b>	<b>Diskuze.....</b>	<b>36</b>
<b>7</b>	<b>Závěry.....</b>	<b>37</b>
<b>8</b>	<b>Použitá literatura.....</b>	<b>38</b>

# 1 ÚVOD

Při vykopávkách se dodnes nalézají hrnčířské kruhy či pozůstatky keramických pecí. Z toho lze usoudit, že využití keramických materiálů bylo vždy nedílnou součástí lidské kultury. Jedním z hlavních důvodů rozmachu keramického řemesla byl poměrně nenáročný produkční proces a dostupnost jílu a vody. Výroba tradiční keramiky se zachovala i dodnes v podobě sanitárních zařízení, nádobí, váz apod. Postupným získáváním znalostí, převážně na poli fyziky a chemie, začalo docházet k rozvoji pokročilé keramiky. Výzkum těchto materiálů se specializuje na budoucí využití. Jedná se například o tepelné štíty raketoplánů, topné elementy, kloubní náhrady, řezné nástroje a mnoho dalších.

Keramika se dá popsat mnoha definicemi. Jednou z nich je, že se jedná o anorganické nekovové nebo uhlíkové těleso uměle vyrobené (nebo vytvarované pomocí vysokoteplotního procesu). Za keramiku se rovněž považují kompozity složené zcela nebo z podstatné části z výše definovaných materiálů. [1]

Keramické materiály, které se staly mimo jiné i nedílnou součástí vojenské techniky, jsou považovány za jedny z nejdůležitějších materiálů pro pancéřové aplikace. Vzhledem k jejich nízké hustotě, vysoké pevnosti v tlaku a vysoké tvrdosti jsou využívány jako ochranné prvky osob a vozidel. Pro využití v odvětvích zabývajících výzkumem nebo výrobou balistických pancířů musí být dostatečně tuhé, aby roztržily a zpomalily dopadající projektil. Zbytky takto fragmentovaného projektilu musí být zastaveny dodatečnou vrstvou pružného materiálu, který slouží i jako nosná složka keramické komponenty. [2, 3]

Hlavními materiály komerčně používanými pro balistické účely jsou oxid hlinitý ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), karbid boru ( $\text{B}_4\text{C}$ ), karbid křemíku ( $\text{SiC}$ ) a keramické kompozity (systém  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ ). Vysoká cena, složité zpracování a obtížná předpověď balistického výkonu materiálu jsou některé z nevýhod keramického pancéřování. Nejrozšířenějším materiálem pro keramické pancíře se kvůli své relativně nízké ceně, vysokému modulu pružnosti, vysoké žáruvzdornosti a tvrdosti stal oxid hlinitý. Nicméně, vzhledem k své nízké lomové houževnatosti a nízké pevnosti v ohybu dosahuje nižší balistické výkonnosti ve srovnání s  $\text{SiC}$  nebo  $\text{B}_4\text{C}$ . Vlastnosti oxidu hlinitého se dají zlepšit přidáním částic tetragonálního  $\text{ZrO}_2$  nebo keramickými vlákny. [4, 5]

Pro dosažení co nejlepších výsledných vlastností keramických těles je třeba celý výrobní proces správně optimalizovat. Výroba v hlavních krocích zahrnuje syntézu vstupního prášku, volbu vhodné tvarovací metody, sušení a následné slinování. Výhody a nedostatky celého procesu včetně provedených optimalizací jsou součástí mé bakalářské práce.

## 2 CÍLE PRÁCE

Hlavním cílem této práce je experimentálně vyrobit keramické destičky z oxidu hlinitého, které jsou rozměrově vhodné pro balistické testování. Pro výrobu těchto destiček by měla být použita průmyslově vhodná, tedy mokrá cesta tvarování keramických součástí.

Pro splnění tohoto hlavního cíle je nutné dosáhnout dílčích cílů:

- Popsat obecně přípravu pokročilé keramiky mokrou cestou, zejména pak uvést výhody a nevýhody oproti dalším způsobům přípravy keramického green body.
- Popsat způsoby odlévání a sušení pokročilé keramiky vhodných pro přípravu objemnějších keramických těles (bulk ceramics).
- Navrhnout optimalizaci procesu sušení, zejména pak užití různých druhů nasákových forem, s ohledem na vznik pnutí, následnou tvorbu trhlin a výslednou relativní hustotu keramických těles.
- Experimentálně modifikovat připravená keramická tělesa tak aby došlo k významné změně jejich mikrostruktury.
- Popsat závislost mikrostruktury na procesu přípravy keramických destiček z oxidu hlinitého.



### 3 TEORETICKÁ ČÁST

#### 3.1 Příprava práškového materiálu

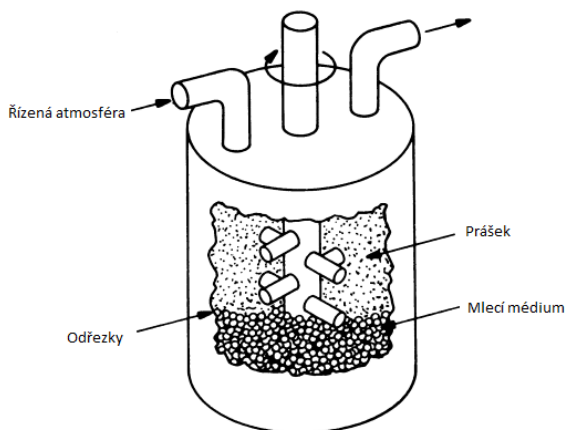
Volba vhodného prášku je kritickým faktorem ovlivňujícím strukturu a vlastnosti výsledné keramiky. Pro výrobu keramiky vysoké kvality je třeba jej plně charakterizovat. Velikost částic, agregáty a aglomeráty, jsou jednou z důležitých faktorů ovlivňujících výslednou hustotu keramické součásti. Velké částice mohou vytvářet defekty v mikrostruktuře, které se projevují jako koncentrátoři napětí snižující celkovou pevnost. Z tohoto důvodu byly vyvinuty různé metody úprav práškového materiálu. Mezi nejrozšířenější patří vibrační mletí, úprava pomocí attritoru, kulové mletí a další. Mletím dojde k snížení velikosti částic, které pak následně mohou vhodnějším rozmístěním zaplnit prostor a tím umožnit vznik keramického tělesa o větší relativní hustotě. [6]

##### 3.1.1 Vibrační mletí

Energie pro rozměňování částic je dodávána prostřednictvím vibrací. Prášek je umístěn ve stacionární komoře spolu s vhodným mlecím médiem (kuličky, válečky,...) a kapalinou. Působení vibrací způsobí kaskádové promísení obsahu mlecí komory a rozdrčení prášku o mlecí médium a sebe sama. Vibrační mletí je relativně rychlé a účinné. Výsledkem bývá jemnější prášek než při užití metody kulového mletí. Z důvodu snížení kontaminace prášku se výstelka mlýnu vyrábí z polyuretanu nebo speciální gumy. [7]

##### 3.1.2 Attritor

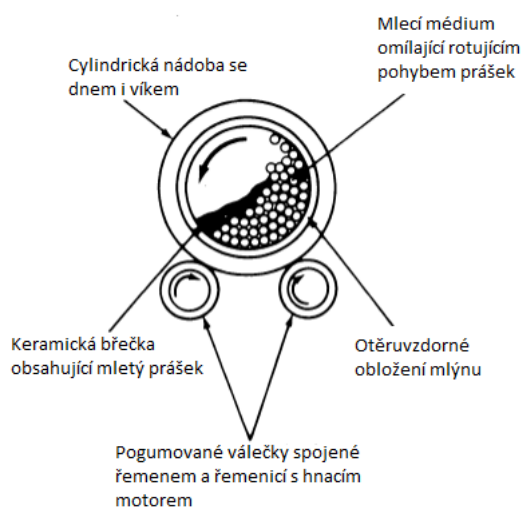
Podobnost s kulovým mlýnem je v užití cylindrického válce a stejného mlecího média. Spíše než rotačního pohybu celého válce se využívá otáčení axiální hřídele nesoucí rozměňující ramena. Výhodou použití attritoru místo kulového válce je vyšší rychlost rozměňování částic a menší kontaminace výsledného prášku. Attritory mohou jednoduše pracovat za působení mokré, suché, vakuové nebo inertní atmosféry. Nevýhodou je špatné rozdrčení prášků usazených v nevhodných místech při jiném než mokřém mletí. Obr. 1 znázorňuje schéma attritoru. [7]



Obr. 1: Schéma attritoru [7]

### 3.1.3 Kulový mlýn

Kulové mletí je nejrozšířenější způsob rozmělnování prášků. Proces spočívá v užití uzavřené, horizontálně rotující válcové nádoby s mlecím médiem (kuličky, krátké válečky, tyčky). Na *obr. 2* je vyobrazen možný způsob provedení kulového mlýnu. Keramický prášek se tímto způsobem efektivně drtí o stěny nádoby, vzájemnými srážkami keramických částic a srážkami s mlecím médiem na menší částice. Rychlost mletí závisí především na relativní velikosti, specifické hmotnosti a tvrdosti mletých částic. Hmotnější částice mohou dosáhnout požadované velikosti mnohem rychleji než ty méně hmotné. Nedostatkem této technologie je vznik otěru z mlecího média a stěn nádoby, čímž dochází ke kontaminaci prášku. V praxi se díky své otěruvzdornosti a voděodolnosti osvědčily polyuretanové a některé gumové povlaky stěn mlýnu. [7]



*Obr. 2: Schématický řez ukazující klíčové složky kulového mlýnu [7]*

## 3.2 Tvarovací metody keramického polotovaru

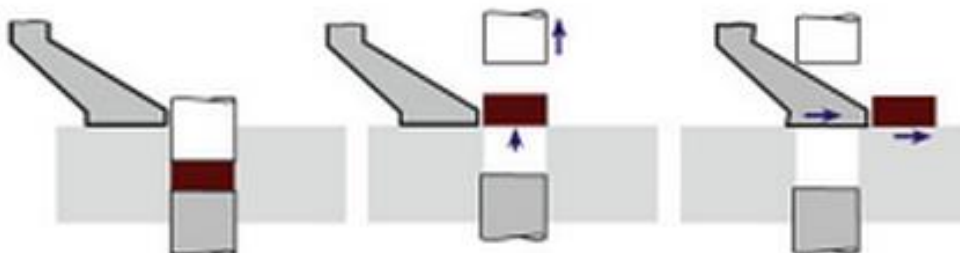
### 3.2.1 Suché tvarování

#### Dry pressing

Neboli suché lisování. Tato metoda spočívá v nasypání suchého a sypkého prášku do dutiny a následném slisování do tvaru blízkého hotovému výrobku. Prášek, o velikostech částic 20 až 200  $\mu\text{m}$ , může obsahovat 0 až 5 hm.% pojiva. Práškové částice se během lisování přesouvají mezi razníky, dokud nevytvoří jednotný tvar. Schématické znázornění suchého lisování za studena je na *obr. 3*. Působící tlak může dosahovat hodnot až 300 MPa, v závislosti na požadované hustotě a volbě materiálu.[8]

Z důvodu jednoduchosti lisovacího systému a nízkých počátečních i provozních nákladů je suché lisování jedním z nejrozšířenějších způsobů formování keramiky. Produkční rychlosti závisí na tvaru a velikosti formovaného objektu. Velké objekty,

jako jsou mlecí kola, se vyrábí rychlostí 1-15 kusů za minutu, menší jako jsou pečetní kroužky nebo trysky několik set za minutu a ty nejmenší jako jsou izolátory, nosiče čipů či řezné nástroje i několik tisíc za minutu. [8]



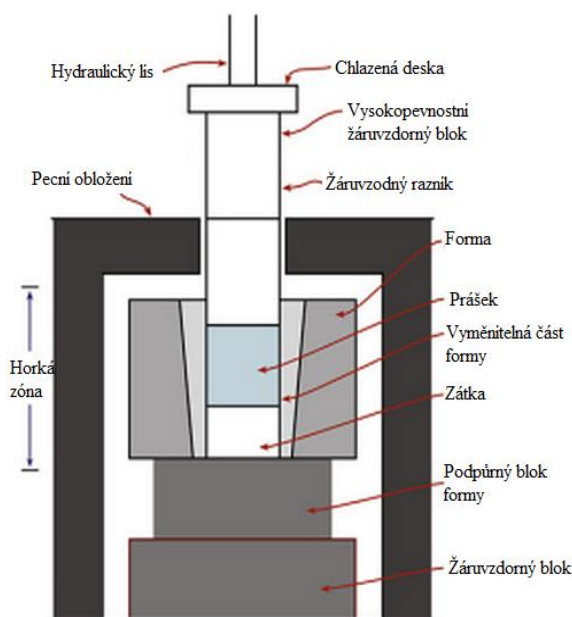
Obr. 3: Stádia suchého jednoosého lisování [8]

### Hot pressing

Lisování sypkého prášku může probíhat i za působení vysokých teplot. Hlavní rozdíl oproti lisu pro suché lisování za studena je v tom, že je navíc celý lisovací aparát umístěn v peci, jak je znázorněno na obr. 4. Během lisování za tepla většinou dochází ke slinutí keramického prášku a tím vzniku součásti o vysoké relativní hustotě. [8, 9]

Hot press má v porovnání s lisováním za studena řadu výhod. Využití je vhodné při požadované malé velikosti zrna a nízké pórovitosti. Touto metodou jsou vyráběny především optické čočky, keramické pancíře, řezné nástroje a další. Formy se nejčastěji vyrábí z grafitu, karbidu, boridu nebo molybdenu, tedy z materiálů schopných odolávat teplotám až 1500°C. Hlavní nevýhodou celého zařízení je vysoká provozní cena a relativně krátká životnost. [8, 9]

Lisování za tepla, stejně jako za studena, je omezeno na poměrně jednoduché tvary.



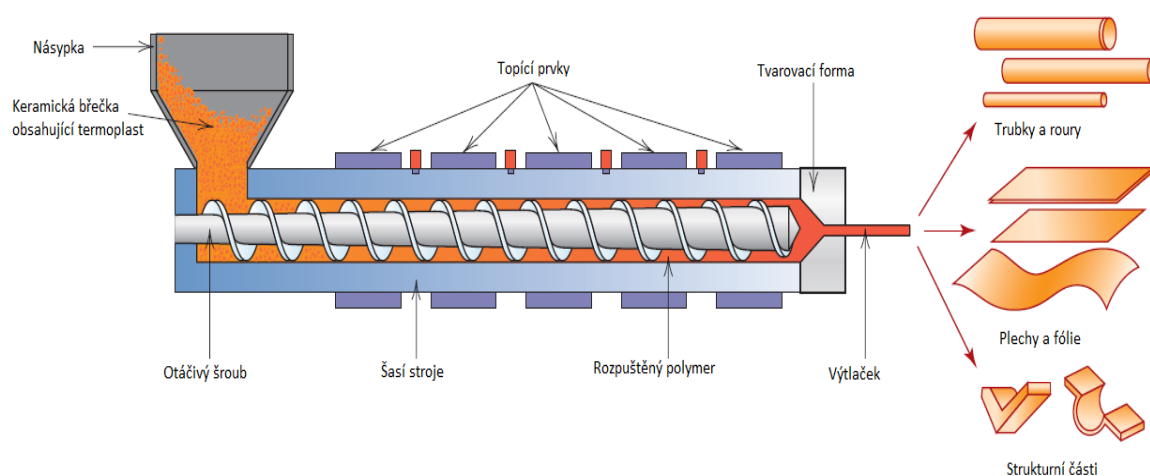
Obr. 4: Schematické znázornění základních prvků hot pressu [8]

## Plastické metody

### Extruze

Nejběžnější hydroplastická formovací technika se nazývá extruze. Jedná se o protlačování plastické keramické hmoty skrz otvor (jako vytlačování zubní pasty z tuby). Tato metoda se osvědčila při tvorbě keramických dílů majících neměnní se průměr a velkou hodnotu poměru celkové délky k průměru, jako jsou keramické tyče a trubky, viz obr. 5. [8, 10]

Keramická březka, například  $\text{Al}_2\text{O}_3$  s vodou, se mísí s viskózní tekutinou jakou je například polyvinylalkohol nebo metylcelulóza. Vytlačování se používá pro výrobu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  krytů na sodíkové výbojky a katalyzátory automobilů. Pro výrobu keramických cihel pro vyzdívky pecí a jejich otvorů kolmých na směr vytlačování může být extruder uvnitř formy vybaven děrovacími klíny. [8, 10]



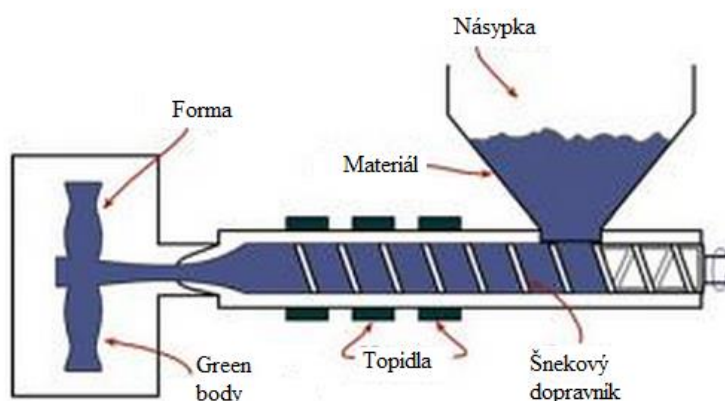
Obr. 5: Ilustrační znázornění vytlačování keramiky [11]

### Injekční vstřikování

Do keramického prášku se spolu s dalšími organickými látkami přidávají termoplastické polymery, označované jako bindery (pojiva). Tyto polymery se vyznačují vratným a opakovatelným dějem, kdy měknou při působení tepla a tvrdnou při ochlazení. [8, 12]

Vzniklá plastická hmota je prvně zahřívána, čímž dochází ke změkčení polymerů, a pak je silou zatlačena do dutinné formy, viz obr. 6. Tato hmota je měkká, nikoliv však samonosná (na rozdíl od metody vytlačování). Následné ochlazení hmoty pak vede ke zpevnění polymerů. Kvůli vysokému zastoupení organických látek dojde k velkému smrštění při konečném slinování (15-20%). Z tohoto důvodu je obtížná kontrola rozměrové přesnosti výsledných produktů. [8, 12]

Této technologii se využívá pro výrobu keramických komponent se složitými tvary, jako jsou například turbínové lopatky. Výrobní cyklus, zahrnující několik technologických kroků, často dosahuje produkce součástí ve velkém množství a krátkém čase. [8]



Obr. 6: V řezu, boční pohled na šroubový typ injekčního vstřikování [8]

### Kalandrování

Proces kalandrování k výrobě keramických materiálů zahrnuje mačkání změkklé termoplastické směsi dvěma protiběžnými válci. Tímto způsobem dojde k zhutnění do tloušťky ekvivalentní mezeře mezi válci. Vícenásobné přechody přes válce způsobí vznik uniformní a konstantně tenké pásky, tato technologie má uplatnění například při výrobě brusných kotoučů. [13]

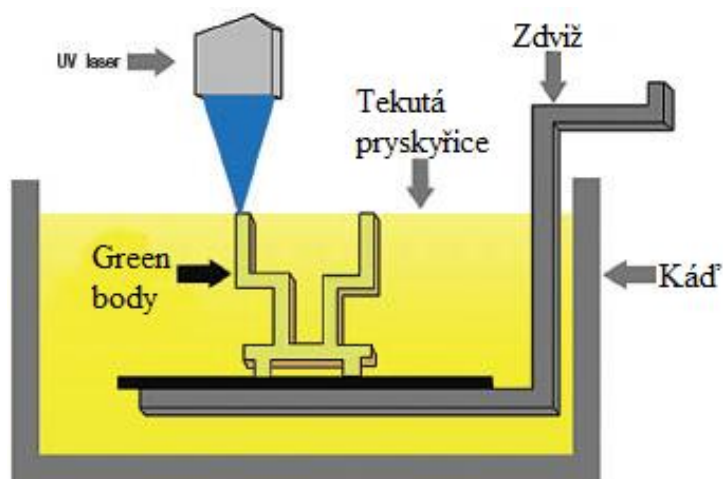
### 3.2.2 Tvarování bez forem

#### Rapid Prototyping

Rapid prototyping je relativně nový přístup tvarování keramických součástí. Existuje několik rozličných způsobů rapid prototypingu založených na společném principu; počítač přímo řídí tvarovací proces vytvořený v systémech CAD bez potřeby tvarovacích forem. Některé v praxi využívané způsoby jsou:

- Stereolitografie (SLA)

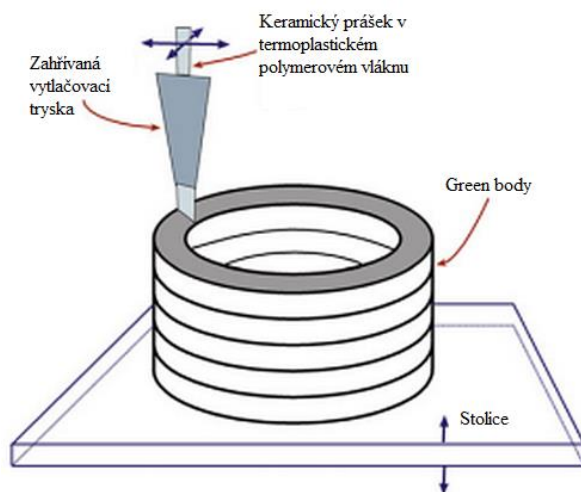
Tato metoda spočívá ve formování součásti z epoxidové pryskyřice obsahující různé keramické prášky, jako jsou  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  nebo  $\text{SiO}_2$ , viz obr. 7. Při každém vertikálním posuvu rampy se vrstva vypálí ultrafialovým laserovým paprskem. Tímto způsobem se vrstvu po vrstvě vyrobí celá komponenta. Ačkoliv tento způsob výroby může trvat i několik hodin, záleží na tvaru a složitosti součásti, stále se jedná o relativně rychlý proces, např. v porovnání s přípravou forem pro injekční vstřikování. [8]



Obr. 7: Schématická reprezentace SLA [8]

- Fused deposition modelling (FDM)

Vstupním materiálem pro tento typ tvarování je termoplastické polymerové vlákno. Při jeho odvíjení se zahřívá a vytlačuje skrz trysku. Výsledný produkt vzniká vrstvením vytlačeného polymeru (podobá se nanášení polevy na dort), viz obr. 8. Vertikální posuv nejčastěji zajišťuje pohyblivá stolice, horizontální v obou osách pak tryska. Pro účely výroby keramických těles se do polymeru přidává až 60% keramického prášku. Pro upřesnění metoda nese v případě užití v keramickém průmyslu označení fused deposition of ceramics (FDC). Nejčastěji používaným práškem je  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , méně pak  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$  a PZT (olovo-zirkonátový-titanát). [8, 14]



Obr. 8: Schématická reprezentace FDM [8]

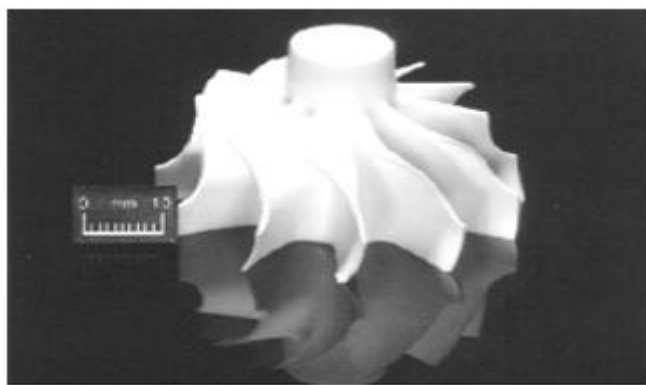
### 3.2.3 Mokré tvarování

#### Gelcasting

Gelcasting je progresivní formovací metoda, vhodná k výrobě tvarově složitých keramik vysoké kvality. Vhodná je pro turbínové rotory (obr. 9), keramické kroužky, ozubená kola, trysky, atd. [15, 16]

Potřebná keramická břečka vzniká jako roztok keramického prášku a vhodného monomeru. Po nalití břečky do tvarově definované formy a zahřívání dochází k polymerizaci monomeru, za vzniku green body se síťovou strukturou. [15]

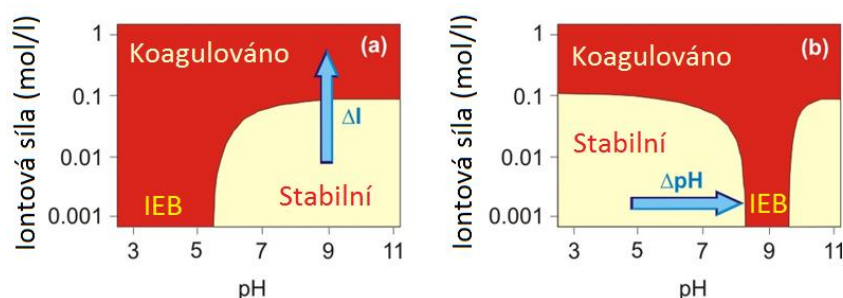
Při užití gelcastingu platí, čím více keramického prášku v suspenzi, tím je větší pravděpodobnost zisku výsledné keramiky s vysokou relativní hustotou. Ideální keramická břečka se vyznačuje co největším množstvím pevných částic a dostatečně nízkou viskozitou. Vyšší množství prášku snižuje smršťování green body během sušení a následného slinovacího procesu. Menší smršťování sníží pravděpodobnost výskytu prasklin a deformací součástí. [15, 16]



Obr. 9: Turbínový rotor vytvořený technikou gelcasting [15]

#### Lití s přímou koagulací

Při lití s přímou koagulací je keramická břečka odlita do formy, kde získává svou manipulační pevnost buď změnou celkového  $pH$  nebo zvýšením iontové síly. V polární kapalině (voda) se keramický prášek stává pozitivně nabitým v kyselém prostředí a negativně v zásaditém. Pokud dvě částice, obě shodně nabitě, získají dostatečně velký náboj, převáží elektrostatické odpuzivé síly nad Van der Waalsovými přitažlivými. To vede ke vzniku málo viskózního a stabilního roztoku. Při zvýšení  $pH$  směrem k isoelektrickému bodu (IEB), nebo zvýšení iontové síly dojde k flokulaci a koagulaci suspenze přitažlivými silami mezi částicemi, jak je znázorněno na obr. 10. Vhodné je využití enzymů (pectin, casein, atd.), které svými katalytickými účinky usnadňují celý proces. [17]



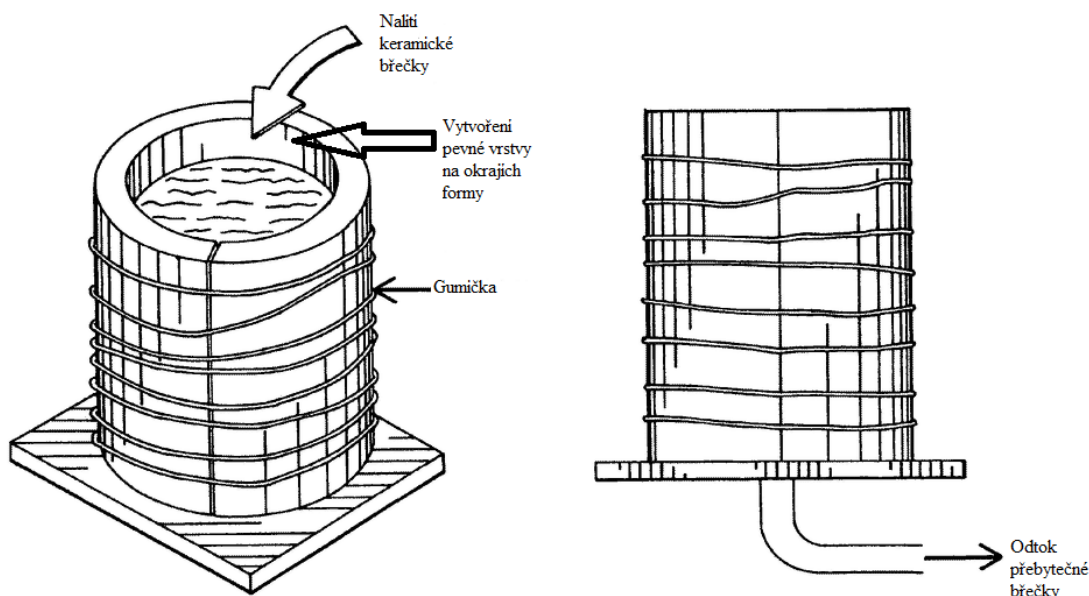
Obr. 10: Koagulační mechanismy (a) změna iontové síly, (b) změna  $pH$  [18]



## Suspenzní lití

Suspenzní lití, neboli slip casting využívá vlastností pórovitých, nejčastěji sádrových, forem. Suspenzní lití se může provádět dvěma způsoby; drain castingem nebo solid castingem. Při drain castingu je forma naplněna keramickou břečkou a dochází k odvodnění a tvorbě souvislé vrstvy na stěně formy skrze póry působením kapilárních sil. Přebytečná břečka se po vytvoření dostatečného filmu vylíje. To je hlavní rozdíl oproti solid castingu, kde keramická břečka zůstane až do úplného vyschnutí. Znárodnění metody suspenzního lití je na *obr. 11*. Další modifikací suspenzního lití je využití odstředivých sil nebo elektroforetické depozice (EPD). [8, 9]

Metoda suspenzního lití je levnou cestou výroby složitějších tvarů a v tradičním hrnčířském průmyslu je přijatelnou metodou pro tvorbu hrníčků, džbánů a figurek. Pro sanitární účely se osvědčila v produkci umyvadel, záchodů a van, v technických oborech pak pro výrobu keramických kelímků nebo plynových turbín. [8]



*Obr. 11: Schématické znázornění suspenzního lití [19]*

## Tape casting

Tape casting (doctor blade) je jednou z modifikací suspenzního lití pro kontinuální výrobu. Při lití břečky na pohybující se podložku, vzniká pomocí hradítka vrstva definované tloušťky. Během následného sušení se pak těkavé složky v suspenzi vypaří. Green body zůstává flexibilní a snadno tvarově obrobitelné, řezáním popřípadě jednoduchým děrováním. Tloušťka vrstvy se pohybuje od 0,1 do 2 mm. Tato metoda se osvědčila při výrobě integrovaných obvodů nebo vícevrstvých kondenzátorů. [11]



### 3.3 Sušení a odstraňování pojiva keramických polotovarů

Green body vytvarované například metodou suspenzního lití, musí před fází slinování projít dalšími technologickými operacemi, jako je sušení nebo odstranění organických přísad. Pokud neslinutý polotovar obsahuje po formovacím procesu příliš mnoho kapaliny (nejčastěji vody), může při působení tepla, a s tím spojeného výparu kapaliny dojít k vytvoření trhlin nebo v extrémních případech popraskání tělesa v důsledku objemové expanze plynů.

Sušení je obecně popisováno jako odstraňování kapaliny z pevné fáze pomocí výparu. Obvykle zahrnuje přenos tepla z okolního prostředí, například proudem teplého vzduchu, do vlhkého objektu a proudění par ve zpětném směru. Proces je doprovázen pohybem vlhkosti skrz póry, v důsledku čehož dochází ke smršťování celého objektu. [10, 9]

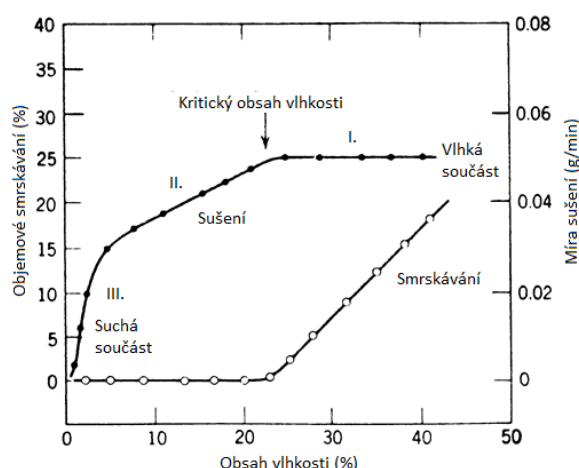
Proces odstraňování pojiva a dalších organických přísad z green body je označován jako debinding. Odstranění pojiva je nejčastěji dosaženo ohřevem green body na teplotu nižší, než je slinovací teplota. Toho se dá dosáhnout mnoha způsoby; termálním, odstředivým, mikrovlnným a dalšími. Optimalizovaný proces je nezbytný pro výrobu kvalitních součástí bez zbytkových kontaminantů (zbytky uhlíku) a strukturálních chyb (praskliny a dutiny). [10, 20]

Vznik vnitřních napjatostí během sušení a odstraňování pojiv může vést k problémům s rozměrovou kontrolou, praskání a růstu mikrostrukturálních chyb. Hlavním zdrojem napětí vzniklých sušením jsou tlakové gradienty v kapalině, proudící z vnitřku součásti a snažící se zaplnit prázdná místa vzniklá vypařením kapaliny blízko povrchu. Dalším ovlivňujícím faktorem jsou teplotní gradienty vznikající během zahřívání nebo ochlazování. Odstraňování pojiva silnějších vzorků může být omezujícím výrobním krokem. Součásti vytvořené pomocí metody suspenzního lití nebo injekčního vstřikování obsahují z pravidla velké množství binderu. Cílem je tedy proces sušení a odstraňování pojiva provádět z ekonomického hlediska co nejvyšší, ale stále bezpečnou rychlostí. [10]

#### **Proces sušení se dá rozdělit do tří etap:**

- etapa konstantní rychlosti sušení
- etapa poklesu rychlosti sušení 1
- etapa poklesu rychlosti sušení 2.

Toto rozdělení vychází z *obr. 12*, na kterém je vyjádřena závislost objemového smrštění a rychlosti sušení v závislosti na obsahu vnitřní vlhkosti měřeného vzorku. Množství vlhkosti ve vzorku je často vyjádřeno jako podíl vlhkého a vysušeného vzorku, viz rovnice (1).



Obr. 12: Graf popisující tři stádia sušení [10]

$$\text{Obsah vlhkosti} = \frac{(\text{Vlhká hmotnost} - \text{suchá hmotnost}) \times 100\%}{\text{suchá hmotnost}} \quad (1)$$

### 3.3.1 Etapa konstantní rychlosti sušení

Při uplatnění konvekčního přenosu tepla (přenos prouděním) z okolního vzduchu na povrch sušené součásti je míra výparu nezávislá na druhu sušeného materiálu. Mechanismus je podobný vypařování vody z otevřené misky. Vypařování bude probíhat pouze, je-li splněna rovnice (2).

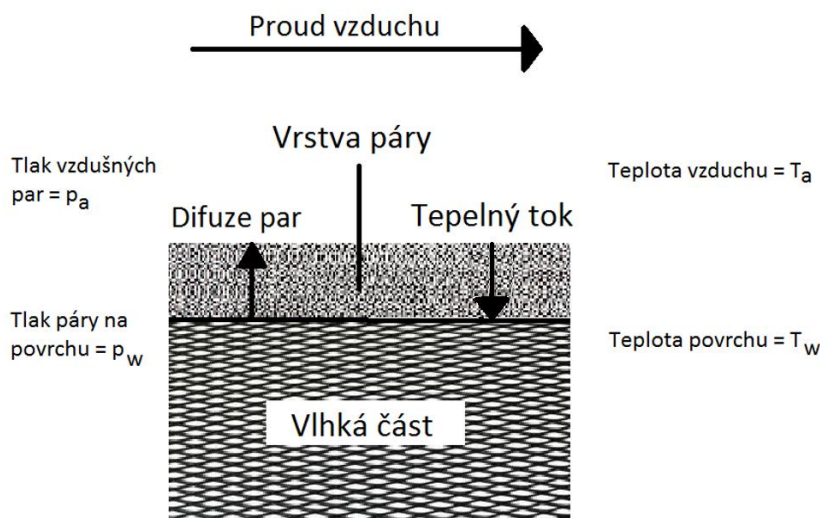
$$p_a < p_0 \exp\left(\frac{2V_m \gamma_{LV}}{RT r}\right), \quad (2)$$

kde  $p_a$  je tlak vzdušných par,  $p_0$  je tlak páry nad plochým povrchem,  $V_m$  molární objem kapaliny,  $\gamma_{LV}$  povrchové napětí mezi kapalnou a plynnou fází,  $R$  univerzální plynová konstanta,  $T$  absolutní teplota udávaná v kelvinech a  $r$  poloměr kapalného menisku. [10, 9]

Voda při etapě konstantní rychlosti sušení proudí z vnitřku součásti na povrch dostatečnou rychlostí, takže povrch nestihá schnout. Nad schnoucím povrchem vzniká stálá nebo se pomalu pohybující vrstva páry. Pokud se objeví suchá místa, která jsou v porovnání se šířkou páry dostatečně tenká, rychlost sušení zůstane stále konstantní. Probíhající difuze atomů vody způsobí, že šířka párového oblaku zůstane ve všech místech rovnoměrně silná. Míra výparu vody,  $\dot{V}_E$ , je dána rovnicí (3), kde  $H$  je koeficient přenosu hmoty, závislý na teplotě, proudění vzduchu, geometrii systému,  $p_w$  je saturovaný tlak par. [10, 21]

$$\dot{V}_E = H(p_w - p_a) \quad (3)$$

Působení proudu vzduchu je uvedeno na obr. 13.



Obr. 13: Rovnocenné podmínky na vlhkém povrchu při konvekčním sušení [10]

V případě, že se mokrá součást vystaví působení proudění vzduchu o konstantní rychlosti, teplotě a relativní vlhkosti, dojde k rychlejšímu dosažení konstantní rychlosti odpařování. To značí, že je dosaženo stavu rovnováhy mezi prouděním tepla do povrchu a ztrátám v podobě latentního tepla, potřebného k přeměně vody v páru. Při začátku výparu tedy teplota na povrchu klesá v důsledku změny skupenství. Tento pokles teplot způsobí rychlejší tepelné proudění k povrchu a tedy i rychlejší vypařování. Při dosažení rovnovážného stavu, zvaného teplota wet-bulb, dojde k vyrovnání přijímaného tepla a latentních ztrát. Teplota wet-bulb někdy také nazývána jako teplota vlhkého teploměru je teplota, kterou vzduch dosáhne při nasycení vypařováním vody. Je to nejnižší teplota adiabatického procesu změny stavu vlhkého vzduchu. Pokud je konvekční přenos tepla k povrchu jediným zdrojem energie sloužícím k výparu, může se rychlost vypařování vyjádřit rovnicí (4). [10, 22]

$$\dot{V}_E = L(T_a - T_w), \quad (4)$$

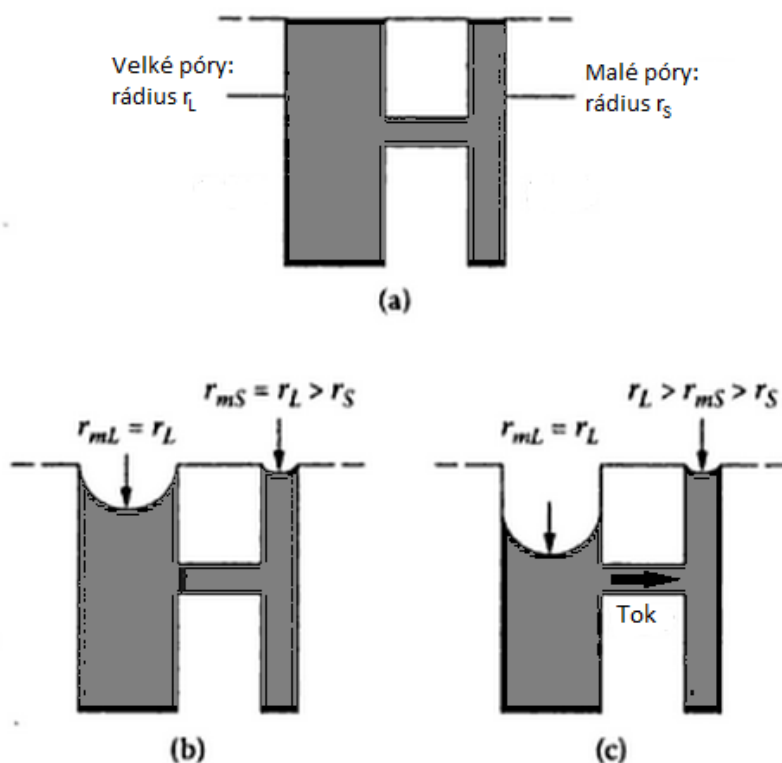
kde  $L$  je konstanta,  $T_a$  teplota sušícího vzduchu a  $T_w$  wet-bulb teplota. Jakékoliv zvýšení teploty povrchu způsobené sáláním nebo vedením tepla skrz vzorek způsobí vzrůst teploty a tedy i výparného tlaku, vedoucí k rychlejšímu sušení. [10, 22]

Tato etapa je doprovázena odtokem kapaliny z vnitřního póru na povrch. Součástí tohoto jevu je také komprese pórovitých buněk vyvolaná absencí původní kapaliny. Tato komprese má za následek udržení kapalinového menisku v póru na povrchu součásti. Během konstantní rychlosti sušení dojde k hustějšímu uspořádání částic a celé těleso se stane kompaktnější. Částice obklopené tenkou vrstvou vody se nakonec spojí a smršťování ustane. Prohloubení kapalného menisku pod povrch součásti značí ukončení této etapy. Obsah vlhkosti na konci konstantní rychlosti ochlazování je nazýván prvním kritickým vlhkostním obsahem. [10, 21]

### 3.3.2 Etapa poklesu rychlosti sušení I

Po ukončení smršťování, pokračující vypařování tlačí kapalný meniskus dovnitř součásti a vzduch zaplňuje póry. Při etapě poklesu rychlosti sušení I, rychlost vypařování klesá a teplota na povrchu vstoupá nad teplotu wet-bulb. Výpar i nadále probíhá, tentokrát ve vnitřních dutinách součásti, kde je teplota nižší než okolní teplota. Rychlost vypařování je velmi citlivá na změny rychlosti proudění, teploty a vlhkosti vzduchu. Kapalina uzavřená v pórech poblíž povrchu může odcházet kanálky, případně pára v nesaturovaných pórech difunduje skrz součást. [10, 22]

V granulovaném pevném objektu s distribucí pórů se může rozhraní kapalina-pára přesunout dovnitř tělesa a zaujmout tak nepravidelný tvar. Pro upřesnění vzniku tohoto jevu se uvažuje jednoduchý model dvou propojených pórů různých poloměrů (obr. 14).



Obr. 14: Náčrt znázorňující výpar a tok kapaliny součásti různými velikostmi pórů. (a) Veliké póry se vyprazdňují rychleji, zatímco je meniskus malých pórů udržován na povrchu (b), (c) malé póry se začínou vyprazdňovat ( $r_m$  je radius menisku) [10]

I když mají póry různé poloměry ( $r_L$  a  $r_S$ ), zpočátku probíhá výpar z obou stejnou rychlostí, takže se kapalně menisky obou rovnají ( $r_m$ ). Kapilární tlak kapaliny je popsán rovnicí (5). Pokud se poloměry menisků liší, kapilární tlaky se musí tedy také lišit a kapalina bude proudit z jednoho póru do druhého do té doby, než dojde k vyrovnání obou menisků. Jakmile vypařování na povrchu pokročí, poloměry menisků se zmenší. V této fázi již téměř neprobíhá smršťování, protože se již částice

prakticky vzájemně dotýkají. V určitém bodě dojde k vyrovnání rádiu menisku s rádiem velkého póru ( $r_m=r_L$ ). Následné vypařování nutí kapalinu k návratu zpět do velkého póru. Nicméně, poloměr menisku,  $r_m$ , se stále v malém póru snižuje a kapilární tlak bude sát kapalinu z velkého póru. Tímto způsobem se velké póry vyprázdňují, zatímco ty malé zůstanou plné kapaliny. Teprve po vyprázdnění velkých pórů se začnou vyprazdňovat ty malé. [10]

$$P = \frac{-2\gamma_{LV}}{r}, \quad (5)$$

### 3.3.3 Etapa poklesu rychlosti sušení II

Při hlubšímu postupu sušící fronty dovnitř součásti je tok kapaliny zpomalen do té míry, že se kapalina blízko povrchu uzavře do izolovaných kapes. Vstup kapaliny do této fáze se nazývá kyvadlový stav. Proud kapaliny k povrchu se zastaví a přebytečnou vlhkost je možné odstranit pouze difuzí svých par. Toto značí začátek etapy poklesu rychlosti sušení II, ve které se vypařování odehrává pouze uvnitř součásti. Povrch je již téměř suchý s teplotou blízkou teplotě okolí, takže se výpar stane méně citlivý na vnější podmínky (rychlost proudění, teplota a vlhkost vzduchu). [10, 23]

Jakmile sušení postoupí dále od povrchu, může se součást vlivem uvolnění tlakových sil pevné fáze jemně roztáhnout. Objevuje se zde i nahromadění napětí, způsobené rozdílnými stlačeními částic blízko povrchu a částic v saturovaných oblastech (oblasti, kde je v rovnováze plynná a kapalná fáze). Při sušení desek z jedné strany, může toto nahromadění vést ke vzniku deformací, v důsledku rychlejšího smrštění sušené strany oproti nesusušené. Ve výsledku mohou mít tyto desky konvexní tvar. [10]

#### Deformace a praskliny

Deformování, praskání a nestejněměrné smrskávání jsou důsledkem rozdílných napětí sušené součásti, způsobené několika faktory. Prvním faktorem jsou tlakové gradienty kapaliny vzniklé sušením. Druhým nehomogenity vzniklé dřívějšími operacemi předcházející sušení, jako jsou nevyrovnané rozdělení vnitřní vlhkosti nebo orientace, či segregace částic. Třetím jsou pak mechanická faktory, jakým je například tření tělesa o pracovní povrch. [10]

Během pozorování bylo zjištěno, že za vznik prasklin tělesa může převážně jemnost pórů (či částic), vlastní velikost tělesa a příliš vysoká rychlost sušení. Praskliny se objevují nejčastěji v kritickém vlhkostním bodě, kdy dojde k zastavení smrskávání a rozhraní plyn-kapalina se přesune do těla součásti. [10]

### 3.4 Finální tvarová úprava

K získání požadovaných tvarů keramických produktů je často nezbytné užití obráběcích technik. Obrábění může být prováděno před slinovací fází, označováno jako green machining, nebo po slinovací fázi. Výhody green machining v porovnání s obráběním již slinutých součástí spočívají ve výrazné úspoře obráběcího času (10x) a nákladů (20x). Je možné používat nástroje nižší kvality a i jejich opotřebení je ve velké míře menší. [8]

Obrábění slinutých součástí se provádí v případech, kdy je třeba splnit rozměrové tolerance, zlepšit kvalitu povrchu nebo odstranit povrchové chyby. Takováto úprava je nejen velmi nákladná, ale často reprezentuje i významnou část z celkové ceny výsledného produktu. Keramické materiály se obtížně obrábějí kvůli své tvrdosti a křehkosti. Z těchto důvodů bývá často nezbytné použití diamantových nástrojů, které se rychle opotřebí a musí se tedy často se měnit. Aby se zamezilo vzniku defektů v součásti pod působícím napětím, probíhá obrábění pomalu. [8]

Existují různé způsoby obrábění slinutých keramických součástí. Broušení využívá nástroje, jejichž brusné částice jsou uloženy v měkké matrici (guma, polymerní pryskyřice, kov). Lapování používá abrasivní částice umístěné na měkké tkanině. Pískové tryskání využívá abrasivních částic urychlených stlačeným vzduchem, tryskající skrz hubici ve velkých rychlostech. [8]

## 4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 4.1 Použité Materiály

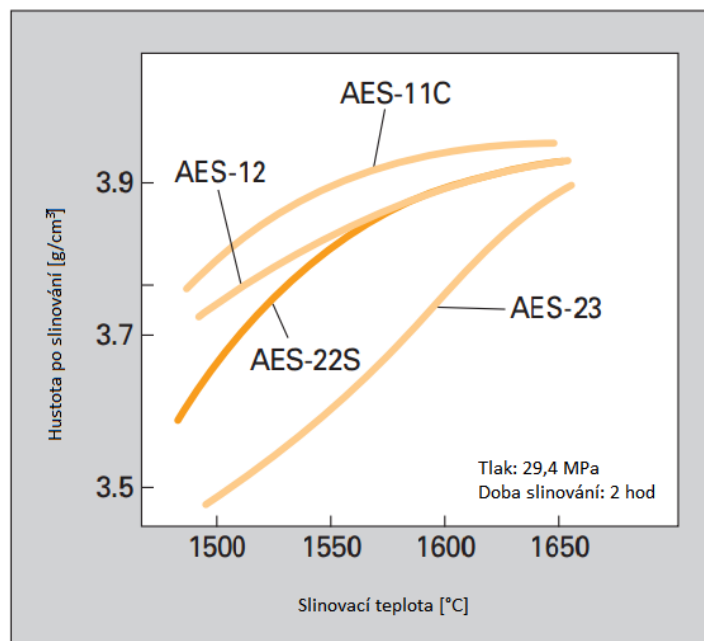
Pro přípravu keramických těles byl použit keramický prášek  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Sumitomo AES-11C od japonského výrobce Sumitomo Chemical. Prášek byl odebrán vždy ze stejné výrobní série. Série AES se vyznačuje nízkým obsahem  $\text{Na}_2\text{O}$ . V *Tabulce 1* je uvedeno přesné chemické složení a vlastnosti prášku. Výrobce udává výsledná závislost relativní hustoty keramického tělesa na slinovací teplotě je uvedena na *obr. 16*. Z této závislosti vychází použitý prášek, dosahující nejvyšších hustot po slinutí, jako nejvhodnější pro náš experiment.

*Tabulka 1. Fyzikální vlastnosti a chemická analýza oxidu hlinitého [24]*

Typ prášku		AES-11C
Chemické složení	$\text{H}_2\text{O}$ (%)	0,10
	$\text{L.O.I.}$ (%)	0,10
	$\text{Fe}_2\text{O}_3$ (%)	0,01
	$\text{SiO}_2$ (%)	0,06
	$\text{Na}_2\text{O}$ (%)	0,04
	$\text{MgO}$ (%)	0,05
	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (%)	99,80
$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )		0,45
Velikost $\alpha$ -krystalu ( $\mu\text{m}$ )		0,30
Hustota před slinutím ( $\text{g/cm}^3$ )		2,22
Hustota po slinutí ( $\text{g/cm}^3$ )		3,94
Lineární smršťování (%)		17,00

Jako disperzant byl použit DARVAN CN výrobce Vanderbilt Minerals, který funguje na principu elektrostatické stabilizace keramické suspenze. Jako pojivo pro zajištění potřebné manipulační pevnost byl použit polymer polyvinyl alkohol - PVA (Sigma-Aldrich Mowiol 20-98), rozpustný ve vodě. Pro částečné potlačení tvorby bublin v suspenzi byl použit octanol (DL-2-Octanol, 97%; Acros organics).

Pro výrobu nasákových forem byla použita bílá elektrikářská a montážní sádra firmy Knauf, tmel Primatmel firmy Kittfort a cement bílý firmy Kittfort.



Obr. 16: Graf závislosti výsledných hustot  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prášků při různých teplotách slinování[24]

## 4.2 Příprava keramických vzorků

### 4.2.1 Příprava keramické suspenze

Do uzavíratelné plastové nádoby o objemu 500 ml bylo na elektronické váze (PRW 753i firmy Adam) odváženo 103,2 g deionizované vody a přidáno 2,1 g PVA. Tato směs byla ponechána při teplotě 80 °C v sušárně, až došlo k úplnému rozpuštění PVA. Z důvodu výparu vody byla nádoba uzavřena víčkem a zalepena parafilmovou páskou. Po vytažení ze sušárny a následném odvíčkování bylo do roztoku přidáno 8 g disperzantu Darvanu CN. Poté bylo postupně přidáno 360 g  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a 130 g  $\text{ZrO}_2$  kuliček. Vždy po přidání 100 g prášku byla suspenze protřepána a promíchána. Do této suspenze pak bylo z pipety odkapáno 6 kapek octanolu. V poslední fázi byla nádoba opětovně uzavřena víčkem, zalepena parafilmem a suspenze byla ponechána 2 hodiny na kulovém mlýnu, aby došlo k jejímu dokonalému promíchání a homogenizaci.

### 4.2.2 Příprava nasákových forem

Proces výroby nasákových forem spočíval v odvážení práškového materiálu (sádry, cementu, tmelu), případně kombinace více prášků a přidání vhodného množství vody. Poměr záměsové vody byl volen podle návodu výrobce. Složení použitých forem je uvedeno v Tabulce 2. Namíchaná směs byla odlita do tvaru obdélníku na desku ze smrkového dřeva, přičemž boční stěny byly ohraničeny deskami z tvrzeného polystyrenu a k horní stěně byl ponechán volný přístup vzduchu. Takto vytvořená nasáková forma byla ponechána, aby pomalu vyschla za pokojové teploty a vlhkosti.



Tabulka 2. Složení nasákových forem

<i>Označení formy</i>	<i>komponenta</i>	<i>hmotnost [g]</i>
<i>Tmel</i>	<i>tmel</i>	287,9
	<i>voda</i>	200,3
<i>Sádra</i>	<i>sádra</i>	306,1
	<i>voda</i>	200,1
<i>Cement</i>	<i>cement</i>	275,9
	<i>voda</i>	175,2
<i>Sádra/cement 50/50</i>	<i>cement</i>	131,7
	<i>sádra</i>	132,0
	<i>voda</i>	134,0
<i>Sádra/cement 70/30</i>	<i>cement</i>	75,6
	<i>sádra</i>	175,9
	<i>voda</i>	132,4
<i>Sádra/cement 90/10</i>	<i>cement</i>	25,2
	<i>sádra</i>	225,9
	<i>voda</i>	128,6
<i>Sádra/cement 92,5/7,5</i>	<i>cement</i>	18,8
	<i>sádra</i>	231,3
	<i>voda</i>	130,3
<i>Sádra/cement 95/5</i>	<i>cement</i>	12,8
	<i>sádra</i>	237,4
	<i>voda</i>	130,3
<i>Sádra/cement 97,5/2,5</i>	<i>cement</i>	4,8
	<i>sádra</i>	185,3
	<i>voda</i>	100,6

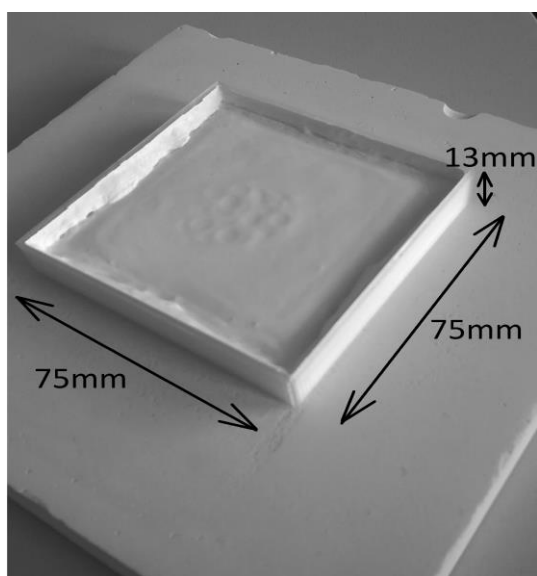
#### 4.2.3 Proces odlévání suspenze a sušení

Na digitálních vahách bylo do kádinky odváženo 160 g suspenze a z důvodu odstranění co největšího množství bublin, které se v suspenzi nacházejí, byla kádinka 10 minut vakuována v exikátoru pomocí membránové vývěvy (ME1 Vacuubrand). Během vakuování byl na jemně zbroušený povrch formy pomocí pistole na tavné lepidlo přilepen čtvercový rámeček vyrobený z polymeru PLA (kyselina polymléčná) o hraně délky 75 mm a výšce 13 mm. Tento rámeček byl z vnitřních stran, z důvodu pozdějšího snadnějšího vyjmutí green body, vymazán separátorem. Po vyjmutí kádinky z exikátoru byla suspenze nalita až po horní okraj rámečku a pro odstranění co největšího množství zbylých bublin z odlité suspenze bylo s celou formou třepáno. Takto odlitá suspenze (*obr. 17a*), byla ponechána schnout po dobu minimálně osmi hodin na vzduchu a za pokojové teploty. Vzniklé green body bylo

poté vyndáno z rámečku a ponecháno k doschnutí na podložce z tvrzeného polystyrenu opět na vzduchu.

Z důvodu velkých rozměrů destiček potřebných pro balistické testování a tedy i velké spotřeby suspenze bylo pro potřeby zkoumání mikrostruktury a slinovacích vlastností přistoupeno k výrobě menších vzorků. Tyto menší vzorky byly odlévány do odměrných válců o průměru  $\varnothing 10$  mm (*obr. 17b*), průměrný objem odlité suspenze byl pak pouze 7 ml.

V poslední fázi po ukončení sušení byly pomocí brusného papíru odstraněny zbytky formy přichycené na spodní straně green body a byla také zarovnána jeho horní strana. Tímto krokem bylo dosaženo požadovaného tvaru destiček, respektive válcových těles. Případná tvarová úprava po slinování by již byla obtížná. Kromě toho by při slinování neopracovaných vzorků mohlo dojít ke vzniku prasklin na strukturních nerovnostech a materiálová nehomogenita, způsobená sádrou, by mohla ovlivnit výsledné mechanické vlastnosti.



a)

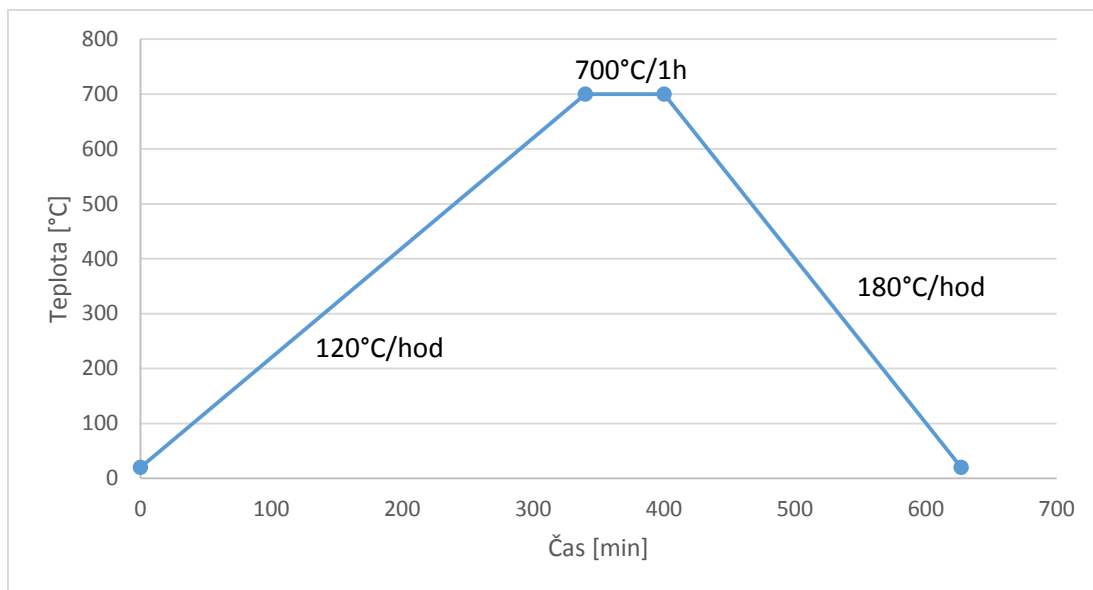


b)

Obr. 17: Sušení odlité keramické suspenze na vzduchu: a) uvnitř rámečku z PLA; b) v odměrném válci

#### 4.2.4 Vypalování organického pojiva (žíhání)

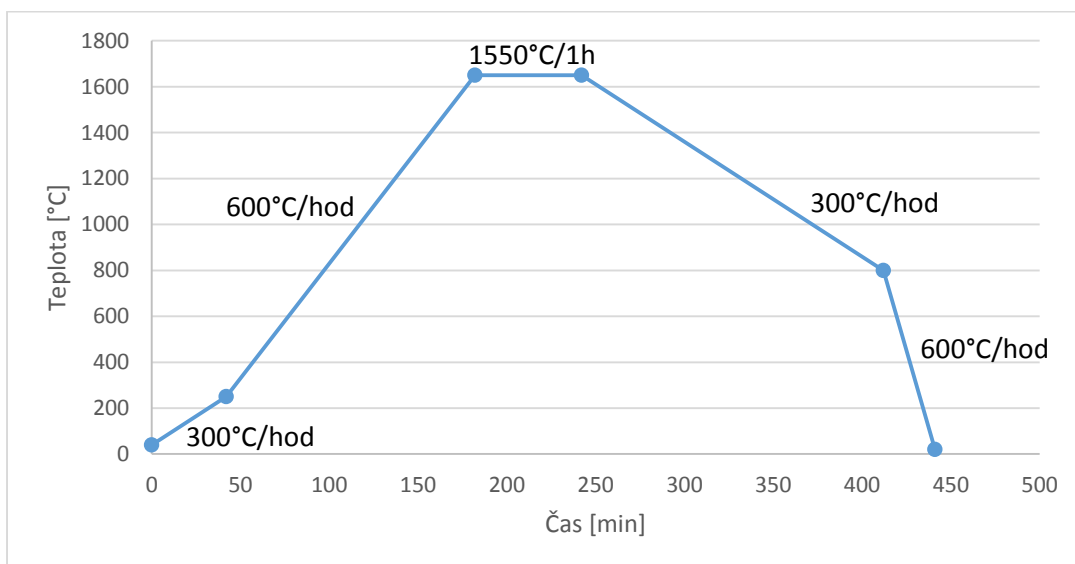
Po vyschnutí, a tedy po získání dostatečné manipulační pevnosti byly keramické vzorky vloženy do mufle a žíhány podle teplotního programu, který je ukázán na *obr. 18*. V této fázi došlo k odstranění organických látek ze suspenze (zejména PVA) a také k velice mírnému předslinutí.



Obr. 18: Teplotní program pece při žhání  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vzorků

#### 4.2.5 Slinování

Vzorky z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  byly slinovány podle teplotního programu (obr. 19) v atmosféře vzduchu, lišily se pouze maximální slinovací teploty. Všechny vzorky byly slinovány ve stejné peci (HT 07/18 Nabertherm, Germany). Obr. 19 ukazuje graf pro jeden vybraný teplotní program (slinovací teplota 1550 °C). Na obr. 20 a) a 20 b) jsou ukázány výsledné slinuté vzorky; keramická destička i menší válcový vzorek.



Obr. 19: Teplotní program pece při slinování suspenze  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vzorků



*a)*



*b)*

*Obr. 20: Slinuté keramické vzorky (1550°C): a) keramická destička; b) válcový vzorek*

## 4.3 Metody hodnocení vzorků

### 4.3.1 Měření nasákavosti forem

Pro účel měření nasákavosti forem byla vytvořena speciální metoda. Jakožto odměrná nádoba byl použit průhledný polypropylenový válec s měrkou, přičemž jako vhodný zdroj se osvědčily plastové injekční stříkačky zbavené vytlačovacího pístu a uříznuté v místě kde začíná měrka. Takto upravené odměrné válce, definovaného poloměru, byly přilepeny pomocí pistole na tavné lepidlo na lehce zbroušený povrch nasákavé formy na stranu, která byla na smrkovém dřevě. Po nalití 20 ml vody do vrchní odkryté části válce byla zapnuta časomíra a po každém klesnutí hladiny o pět milimetrů byl pak odečten čas. Pro získání více hodnot a následného odvození závislosti rychlosti vsakování vody do formy na čase bylo při posledních 5 ml vody přilito dalších 20 ml. Konfigurace experimentu je znázorněna na obr. 21.



*Obr. 21: Princip měření nasákavosti forem. Měření byla provedena vsakováním čisté vody. Modré barvivo bylo použito pouze ke vzniku dostatečného kontrastu při fotografování.*

### 4.3.2 Příprava vzorku pro pozorování mikrostruktury

#### Řezání

Slinuté vzorky byly kvůli pozorování mikrostruktury v půli rozřezány na kotoučové diamantové řezače Accutom-50 firmy Struers.

### Zalévání do polystyrenu

Po rozříznutí vzorku byla jedna jeho půlka, kvůli budoucímu uchycení do brousícího a leštícího zařízení, zatavena do polystyrenu (PS). Vzorek byl uříznutou stranou položen na Petriho misku, ohrazen hliníkovým válcem požadovaného vnitřního průměru a zasypán granulemi PS. Celá sestava byla vložena do sušárny, kde se polystyren rozpustil působením teploty 215 °C. Po vytažení ze sušárny byl vzorek ponechán na vzduchu, aby se ochladil PS a zatvrdl. Následně byl vzorek vyjmut z hliníkového válce. [25]

### Broušení a leštění

Vzorky byly broušeny a leštěny použitím stroje Struers TegraPol-25 se semi-automatickou hlavou, který dovoluje umístění šesti vzorků najednou. Broušení a leštění probíhalo za působení brusných podmínek podle *tabulky 3*.

*Tabulka 3. Fáze broušení a následného leštění*

<i>Krok</i>	<i>Brusné a leštící prostředky</i>	<i>Zrnitost [μm]</i>	<i>Otáčky [ot./min]</i>	<i>Přítlačná síla [N]</i>	<i>Čas [min]</i>
<i>1</i>	<i>Kotouč MD-Piano 120</i> <i>Voda</i>	<i>120</i>	<i>300</i>	<i>30</i>	<i>dle potřeby</i>
<i>2</i>	<i>Kotouč MD-Largo</i> <i>suspenze DiaPro Allegro Largo</i>	<i>9</i>	<i>150</i>	<i>30</i>	<i>5</i>
<i>3</i>	<i>Plátno MD-Dac</i> <i>suspenze DiaPro NapB</i>	<i>3</i>	<i>150</i>	<i>15</i>	<i>3</i>
<i>4</i>	<i>Plátno MD-Dac</i> <i>suspenze DiaPro NapB</i>	<i>1</i>	<i>150</i>	<i>15</i>	<i>6</i>

#### 4.3.3 Měření hustoty

Relativní hustota byla u všech vzorků stanovena Archimedovou metodou podle normy ČSN EN 993-1 [26] na analytických vahách Mettler Toledo. Vzorky byly nejprve ponechány pod infralampou při teplotě asi 110 °C po dobu 1 hodiny pro dokonalé vysušení, následně byly zváženy na vahách, na kterých byla odečtena a následně zapsána hodnota  $m_s$  (*suchá hmotnost*). Vzorek byl poté vložen do kádinky, umístěn do exikátoru a vakuován po dobu 30 minut. Poté byla do vyvakuovaného exikátoru pomalu přidávána deionizovaná voda obohacená o smáčedlo, až do doby kdy byly vzorky kompletně zatopené. Následně byla celá sestava opětovně

vakuována po dobu 30 minut. Poté byl exikátor zavzdušněn, kádinka se vzorkem vyjmuta a ponechána na vzduchu odstát dalších 30 minut.

Vodou nasycený vzorek byl vložen do density kitu, tak aby byl celý ponořen pod vodou a mohla tak být odečtena hodnota z vah – hodnota  $m_m$  (*mokrá hmotnost*).

Po rychlém povrchovém osušení buničinou byl vzorek položen na misku vah, čímž byla získána hodnota  $m_o$  (*hmotnost po osušení*). Při delším ponechání vzorků na vzduchu by tato hodnota klesala v důsledku výparu smáčivé kapaliny; bylo tedy nutné postupovat rychle.

Použitá destilovaná voda obohacená smáčedlem mění svoji hustotu  $\rho_{H_2O}$  s měnící se teplotou podle empirického vztahu (6). [26]

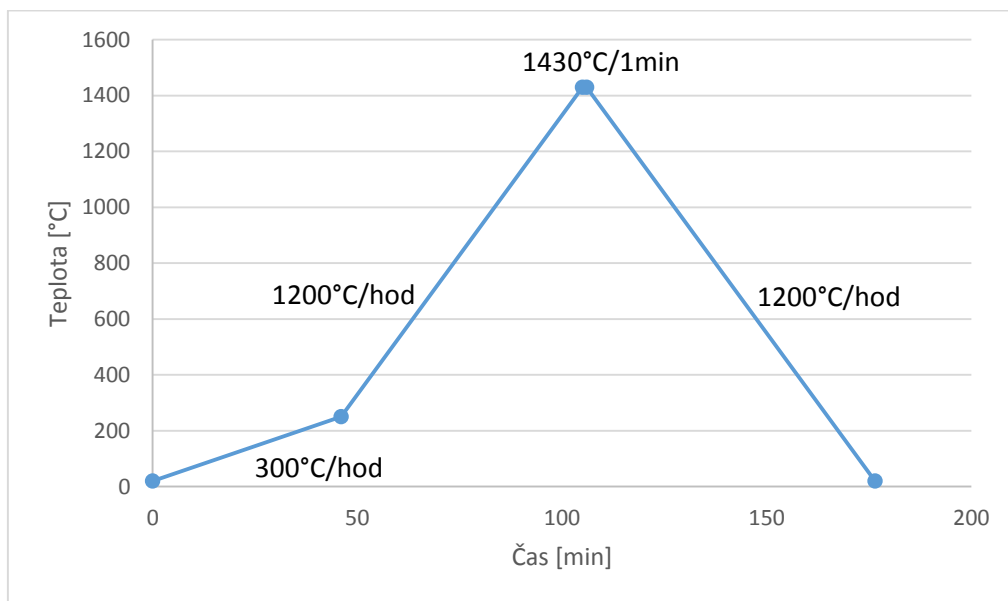
$$\rho_{H_2O} = \left( \frac{0,997 - 0,9984}{5 \cdot (T_{H_2O} - 20)} \right) + 0,9984 [g \cdot cm^{-3}] \quad (6)$$

Na závěr byla pomocí rovnice (7) byla určena relativní hustota vzorků. [26]

$$\rho_{rel} = \frac{m_s}{m_o - m_m} \cdot \frac{\rho_{H_2O}}{\rho_{teor}} \cdot 100 [\%] \quad (7)$$

#### 4.3.4 Hodnocení mikrostruktury vzorků

Vybroušené a vyleštěné vzorky uložené v polystyrenu byly vypreparovány působením teploty 215 °C. Zbytky polystyrenu přilepené na stěnách vzorku byly odstraněny máčením v xylenu a nakonec byly vzorky opláchnuty destilovanou vodou. Z důvodu zvýraznění hranic zrn pro následné pozorování mikrostruktury na elektronovém mikroskopu byly vzorky tepelně vyleptány. Tepelné leptání probíhalo podle teplotního programu, znázorněného na *obr. 22* v peci HT 07/18 Nabertherm, Germany.



*Obr. 22: Teplotní program pece při tepelném leptání vzorků*

Takto vyleptané vzorky byly připevněny na kovové podstavce pro vložení do držáku vzorků v elektronovém mikroskopu a z důvodu větších rozměrů, které by mohly způsobovat nabíjení vzorku elektrickým nábojem v mikroskopu a tím i rozostření obrazu, byly oblepeny vodivou grafitovou páskou, která slouží pro odvedení přebytečného náboje z povrchu vzorku.

Mikrostruktura byla pozorována na rastrovacím elektronovém mikroskopu FIB/SEM Tescan Lyra3 XMH s možností digitálního systému pro tvorbu snímků.

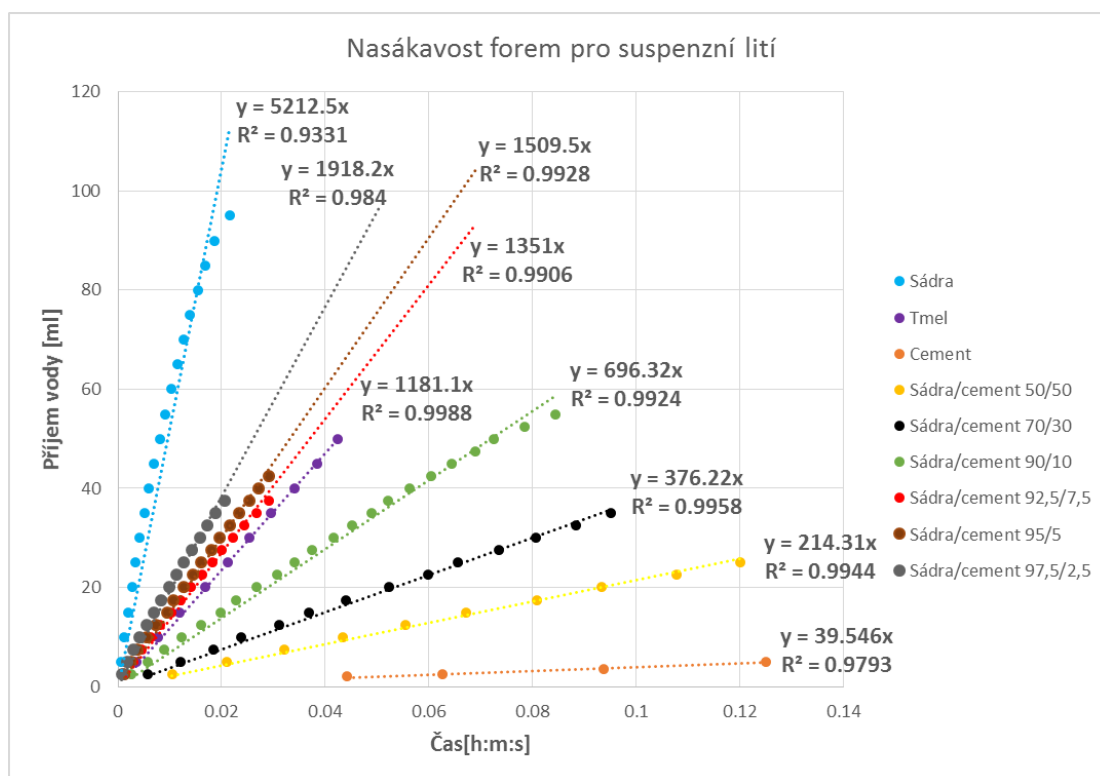
Velikost zrn byla určena lineární průsečíkovou metodou podle normy ČSN EN 623-3. [27]



## 5 VÝSLEDKY

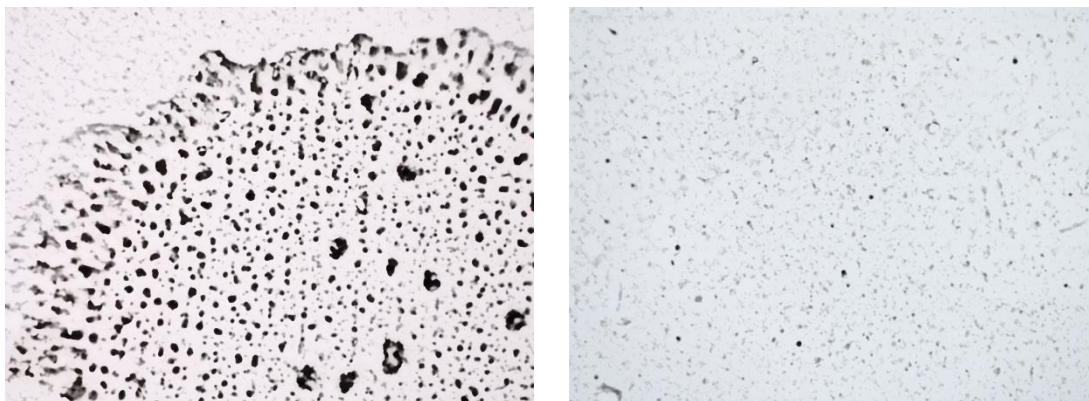
### 5.1 Nasákavost forem

Výsledky z měření nasákavosti forem pro suspenzní lití byly použity pro tvorbu závislosti rychlosti vsakování vody do formy na čase. Tato závislost je ukázána v grafu, viz *obr. 23*. Jednotlivé hodnoty byly pro každý typ formy lineárně aproximovány, a byla stanovena směrnice regresní přímky, která udává rychlost vsakování vody do formy. Z grafu je patrné, že nejvyšší rychlosti vsakování vody dosahovala sádrová forma a naopak nejnižší forma cementová.



*Obr. 23: Graf popisující závislost rychlosti vsakování vody do formy na čase. Směrnice regresních přímek byly získány lineární aproximací této závislosti na každé formě. Koeficient  $R^2$  představuje spolehlivost regrese.*

Nasákové formy vystavené působení kapaliny erodují. Tento proces, nejvíce patrný na sádrové formě (*obr. 24 a*), způsobuje degradaci formy a také může docházet ke kontaminaci suspenze odlité na takovou formu. Erozi byly nejméně postihnuty formy cementové (*obr. 24 b*). Jedním z parametrů ovlivňující volbu ideální nasákové formy tedy byla i odolnost vůči erozi, přičemž ale odolnost formy proti erodování nesměla vést k výraznému snížení rychlosti vsakování vody do forem.



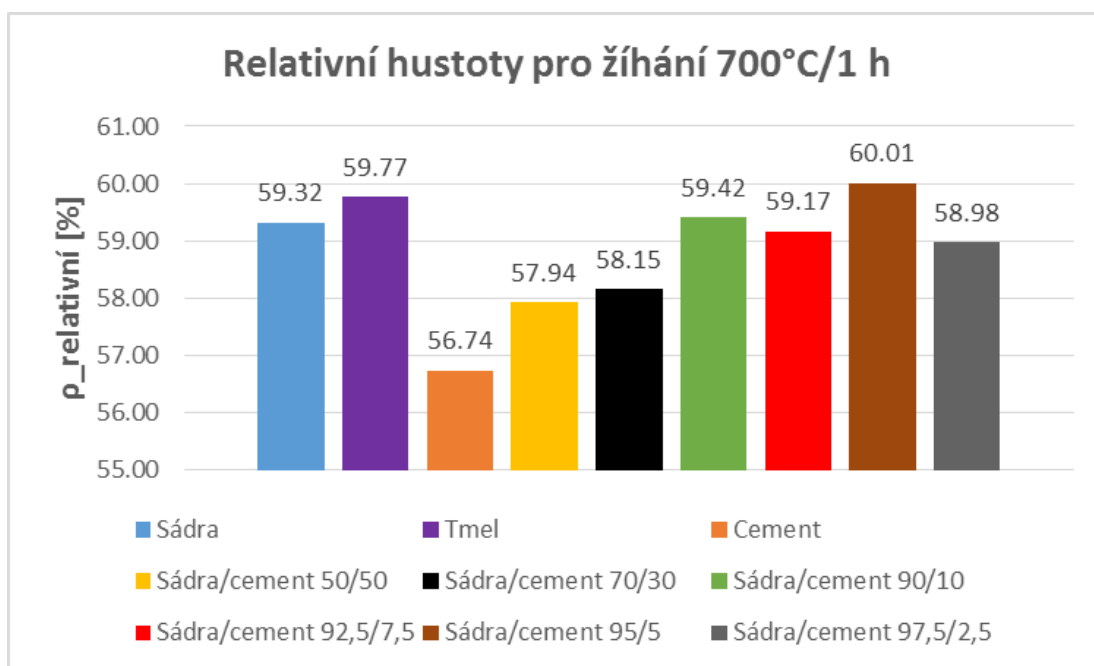
a)

b)

Obr. 24: Eroze forem způsobené vsáknutím 20 ml vody: a) na čistě sádrové formě; b) na čistě cementové formě

## 5.2 Relativní hustoty vzorků po odstranění binderu

Pro přehlednost a vzájemné porovnání byly výsledky z měření hustoty vzorků po odstranění binderu PVA (vyžhání) zaneseny do sloupcového grafu ukázaného na obr. 25. Z měření vyplývá, že nejvyšší relativní hustoty před slinutím dosáhla keramika odlitá na nasákovou formu obsahující 95 hm.% sádry a 5 hm.% cementu.

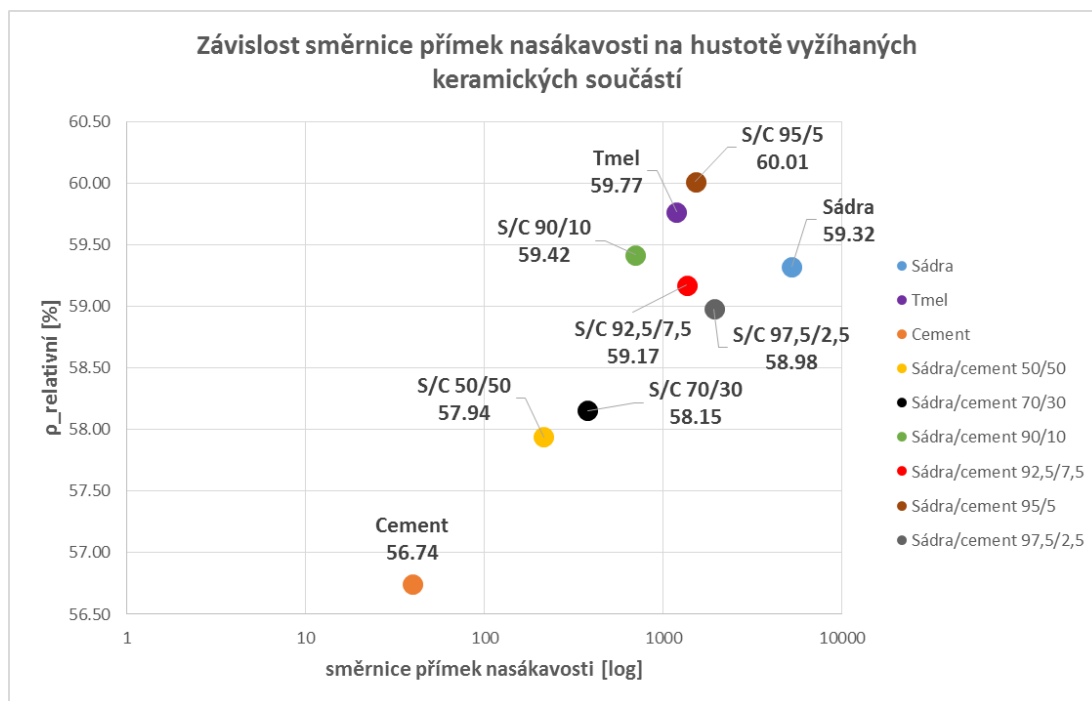


Obr. 25: Graf změřených relativních hustot vyžháných keramických vzorků, odlitých na různé nasákové formy

Z tohoto grafu vyplývá, že zvyšování objemového podílu sádry na úkor cementu má pozitivní vliv na hustotu neslinutého keramického tělesa. Hodnot srovnatelných

s čistě sádrovou formou bylo dosaženo při obsahu cementu do 10 hm.%. Nejvyšší relativní hustoty dosahovaly vzorky odlité na formu Sádra/cement 95/5.

Směrnice rychlosti vsakování vody do forem v závislosti na relativních hustotách neslinutých keramických těles byla vynesena do grafu, který je znázorněn na obr. 26.



Obr. 26: Graf směrnice vsakování vody do formy v závislosti na relativních hustotách vyžíhaných keramických vzorků

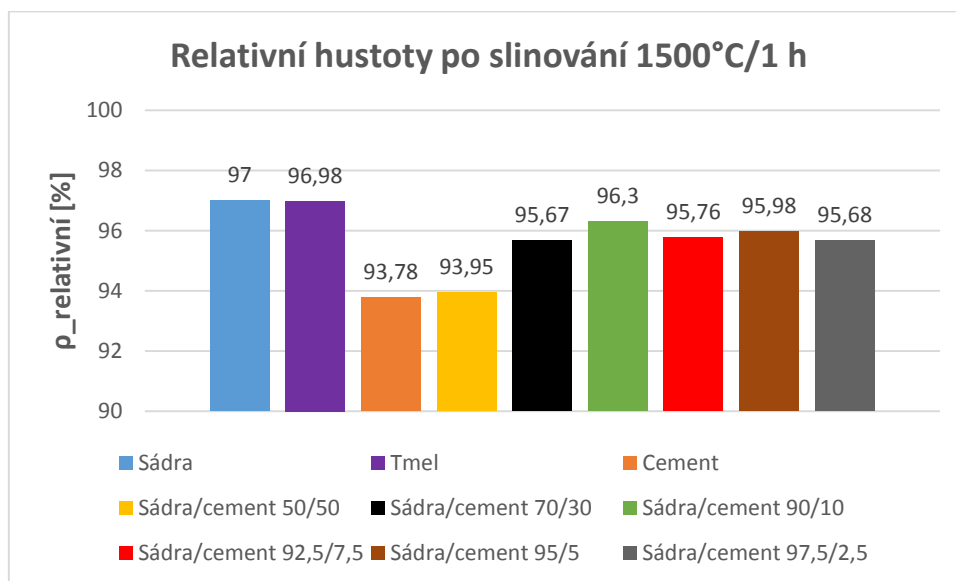
Z tohoto grafu je patrné, že po překročení 5 hm.% cementu v nasákové formě začala klesat výsledná relativní hustota keramických těles a také se negativně začala měnit rychlost vsakování vody (růst i pokles). Optimální rychlost odvodu vody z keramické suspenze zaručuje sušení maximální možnou rychlostí, při které ještě nehrozí vznik prasklin a deformací sušeného keramického tělesa. Rychlost vsakování do čistě sádrové formy se zdála být příliš velká, proto bylo rozhodnuto, že tato forma se pro naše účely nejvíce jako vhodná.

Optimálních hodnot dosahovala tmelová forma, ale jelikož nebylo možné přesně definovat její složení a zajistit tak reprodukovatelnost experimentů bylo rozhodnuto se tímto materiálem pro výrobu nasákových forem dále nezabývat.

Velmi podobných hodnot, co se týče rychlosti vsakování, dosahovala forma obsahující 95 hm.% sádry a 5 hm.% cementu. Vzorky odlité na tuto formu vykazovaly ještě o něco vyšší hodnoty relativní hustoty před slinutím. Z těchto důvodů se přistoupilo k výrobě keramických těles právě na této nasákové formě.

### 5.3 Relativní hustoty slinutých vzorků

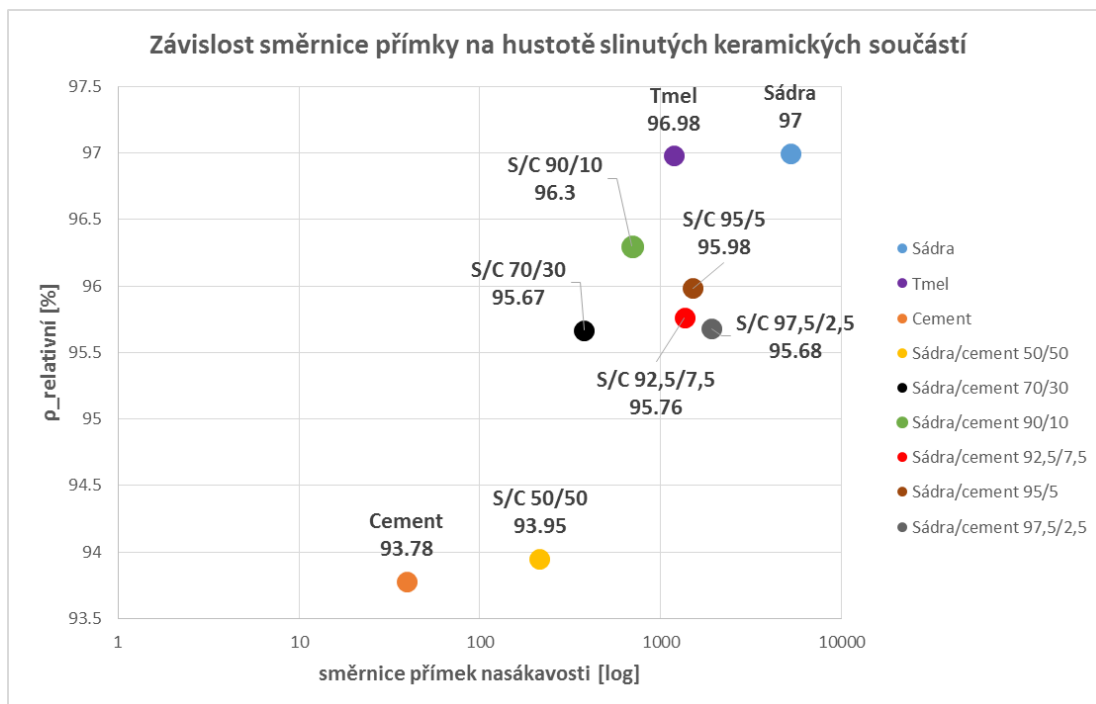
Pro přehlednost a vzájemné porovnání byly výsledky z měření hustoty vzorků po slinutí zaneseny do sloupcového grafu ukázaného na *obr. 27*. Měřeny byly stejné vzorky, které dříve podstoupily žíhání (9 vzorků) a poté byly za stejných podmínek slinuty při teplotě 1500°C. Z měření vyplývá, že největší relativní hustoty dosáhly vzorky odlité na čistě sádrovou a tmelovou formu, což je poměrně překvapivé v porovnání s hustotami vzorků po žíhání, kdy nejvyšší relativní hustoty dosahovaly vzorky odlité na formu obsahující 95 hm.% sádry a 5 hm.% cementu.



*Obr. 27: : Graf změřených relativních hustot slinutých keramických vzorků, odlitých na různé nasákové formy*

Vzorky odlité na čistě cementovou a sádro/cementovou formu 50/50 dosáhly po slinutí podle očekávání nejnižších hodnot relativní hustoty. Nejvyšších hodnot relativní hustoty v porovnání s ostatními sádro-cementovými formami dosáhl vzorek odlitý na formu sádra/cement 90/10.

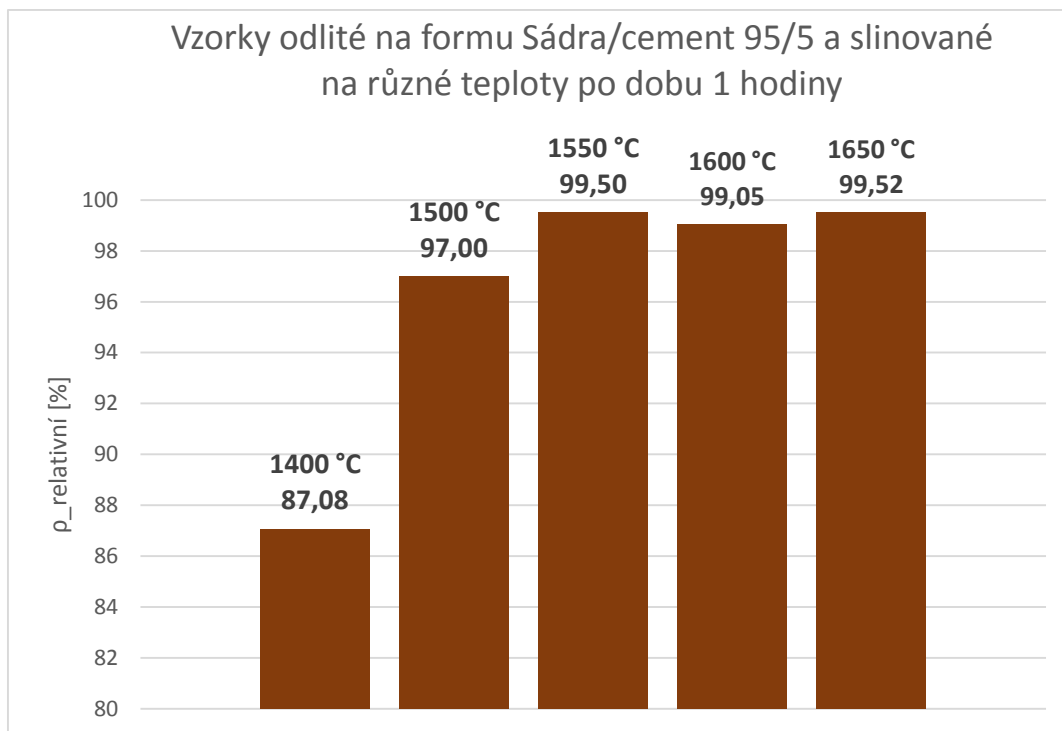
Směrnice rychlosti vsakování vody do forem v závislosti na relativních hustotách slinutých keramických těles byla vynesena do grafu, který je znázorněna na *obr. 28*. Z grafu je zřejmé, že vzorky odlité na sádrové formy, které obsahují do 7,5 hm. % cementu mají velmi podobné vlastnosti. Jako nejvhodnější z nich se jeví forma sádra/cement 95/5. Vzorky, které byly odlity na této formě a poté slinuty dosahují nejvyšších relativních hustot.



*Obr. 28: Graf směrnice vsakování vody do formy v závislosti na relativních hustotách slinutých keramických vzorků*

Z výše zmíněných důvodů bylo přistoupeno k odlití keramických vzorků na sádro-cementovou formu 95/5 a na těchto vzorcích byl poté zkoumán vliv slinovací teploty na výslednou relativní hustotu vzorků a na jejich mikrostrukturu. Tyto vzorky byly slinovány při teplotách 1400 °C, 1500 °C, 1550 °C, 1600 °C a 1650 °C po dobu jedné hodiny.

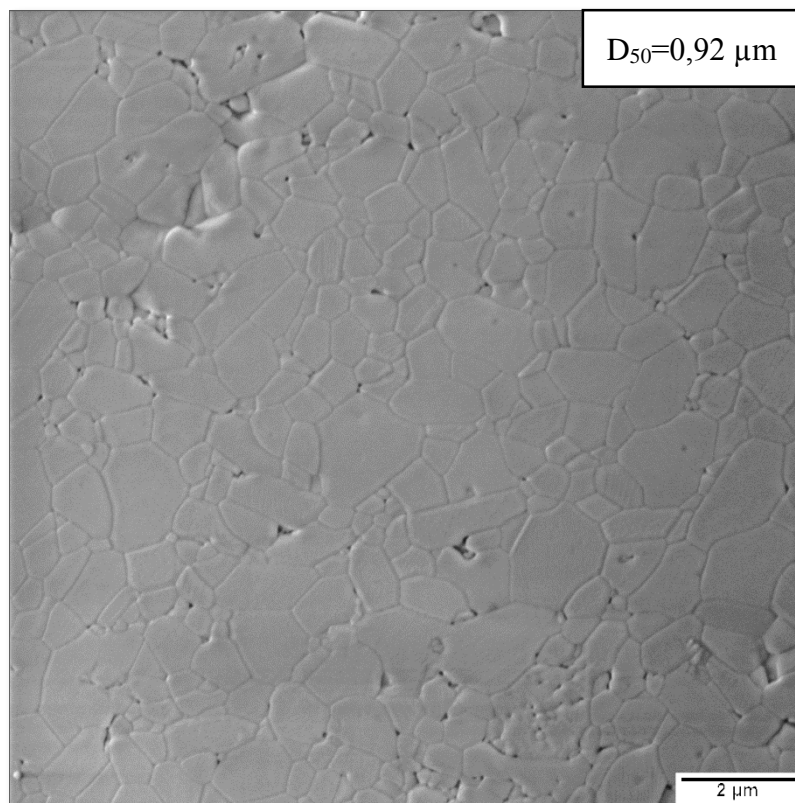
Výsledky měření relativní hustoty po slinování jsou uvedeny v grafu, viz *obr 29*. Z tohoto grafu je patrné, že hodnot blížících se 100 % relativní hustoty bylo dosaženo již při teplotě 1550 °C.



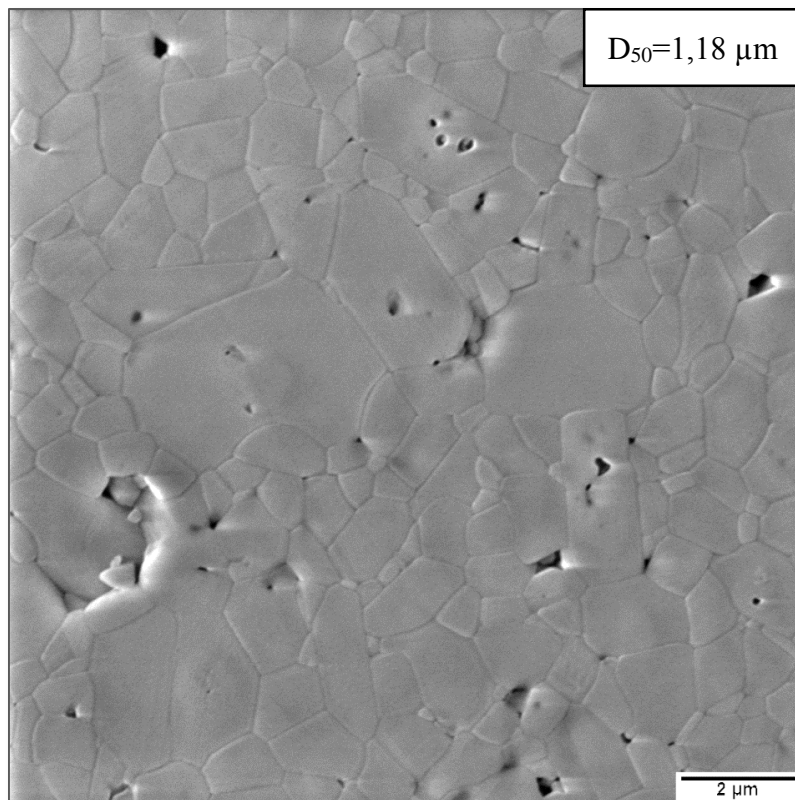
Obr. 29: Relativní hustota keramických vzorků vystavených různým slinovacím teplotám

## 5.4 Měření velikosti zrna

Měření velikosti zrna proběhlo na následujících mikrostrukturách při stejném zvětšení (20 000x). Užity byly snímky z rastrovacího elektronového mikroskopu. Příklady struktur měřených vzorků společně s výslednou střední velikostí zrna ( $D_{50}$ ) jsou uvedeny na obr. 30 až 33. Velikost zrna byla měřena na keramických tělesech odlitých na sádro-cementovou formu 95/5, slinovaných při teplotách 1500 °C, 1550 °C, 1600 °C, 1650 °C po dobu jedné hodiny a následně podrobená tepelnému leptání. Slinování při teplotě 1400 °C nevedlo ke vzniku součásti s dostatečně vysokou relativní hustotou. Z toho důvodu jsme se již dále mikrostrukturou těchto vzorků nezabývali a střední velikost zrna nebyla zjišťována.

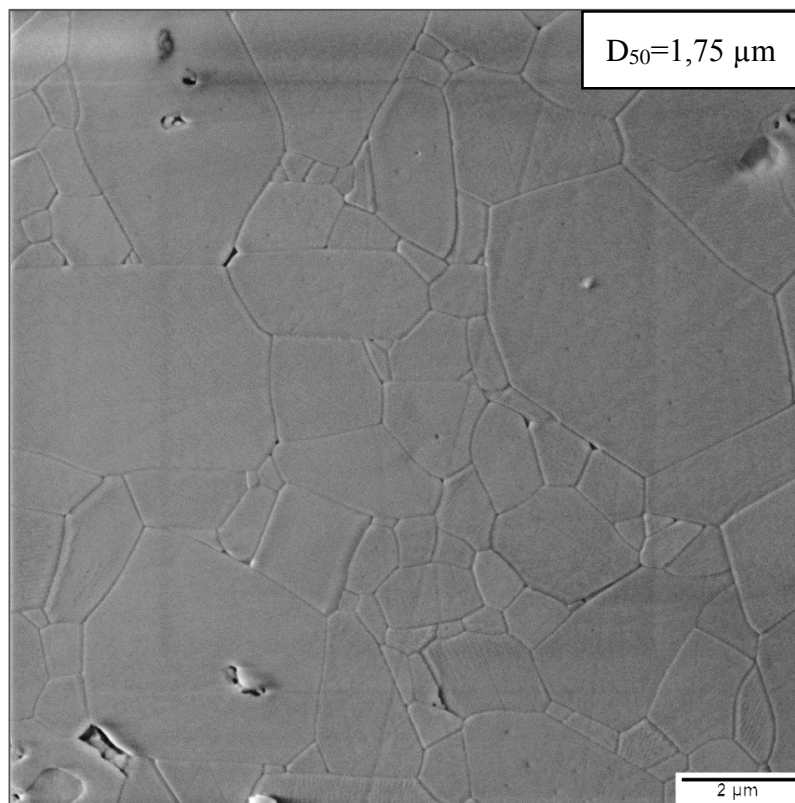


Obr. 30: Mikrostruktura vzorku slinutého při teplotě 1500°C,  $D_{50}=0,92\mu\text{m}$

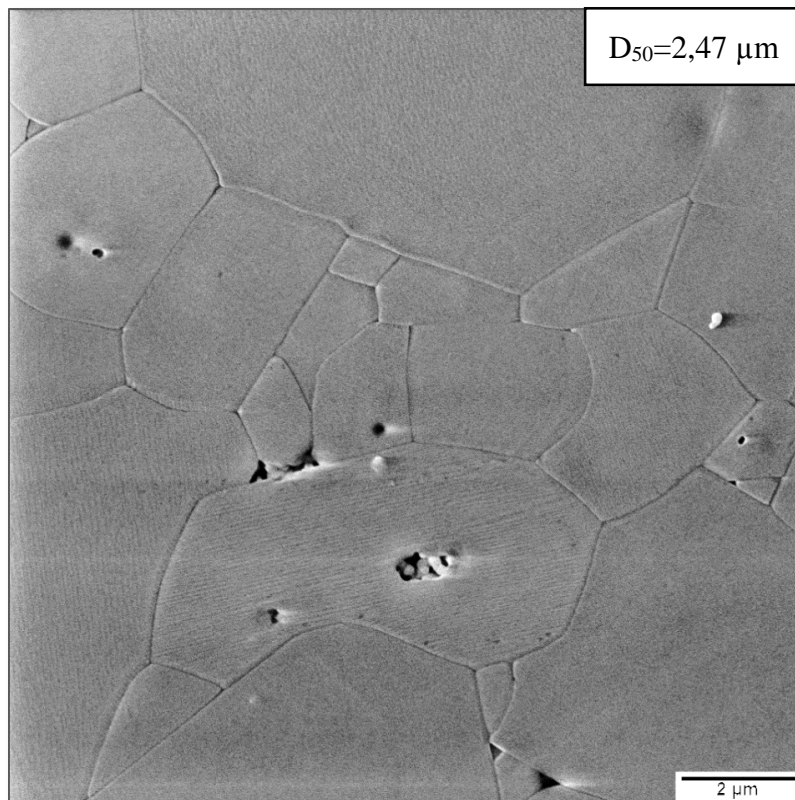


Obr. 31: Mikrostruktura vzorku slinutého při teplotě 1550°C,  $D_{50}=1,18\mu\text{m}$





*Obr. 32: Mikrostruktura vzorku slinutého při teplotě 1600°C,  $D_{50}=1,75\mu\text{m}$*



*Obr. 33: Mikrostruktura vzorku, slinutého při teplotě 1650°C,  $D_{50}=2,47\mu\text{m}$*



V *Tabulce 4* jsou uvedeny relativní hustoty a střední velikosti zrna keramických součástí slinovaných při teplotách 1500 °C, 1550 °C, 1600 °C, 1650 °C podobu jedné hodiny. Jako nejvýhodnější se jeví slinování při teplotě 1550 °C. Při této slinovací teplotě mají keramické součásti dostatečně vysokou relativní hustotu spolu s nízkou velikostí zrna.

*Tabulka 4. Výsledky relativních hustot a středních velikostí zrna pro různé slinovací teploty*

<i>slinovací teplota [°C]</i>	<i>ρ<sub>rel</sub> [%]</i>	<i>Střední velikost zrna [μm]</i>
1500	97,2	0,92
1550	99,1	1,18
1600	98,6	1,75
1650	99,4	2,47

## 6 DISKUZE

Měření relativních hustot žíhaných keramických součástí ukázalo, že nejvyšších hustot bylo dosaženo odléváním keramické suspenze na formu obsahující 95 hm.% sádry a 5 hm.% cementu. Stejný výsledek byl očekáván i po následném slinutí. Ze získaných hodnot relativních hustot po slinování při teplotě 1500 °C po dobu jedné hodiny bylo zjištěno, že vzorky odlité na tuto formu dosahují nižší relativní hustoty v porovnání se vzorky odlitými na čistě sádrovou a čistě tmelovou formu. Tato skutečnost může být zapříčiněna erozivními účinky vody, obsažené v keramické suspenzi, na tyto formy.

Při vsakování vody do nasákavé formy může docházet k vymývání formy a tím i částečné kontaminaci suspenze. Provedené experimenty potvrdily, že čistě sádrové a tmelové formy erodují více než ty dopované cementem. Reakce vápníku, hlavní složky sádry, s vodnou suspenzí oxidu hlinitého může mít za následek vznik heaxaaluminátu vápníku ( $\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ ), jak uvádí R. Akiva a kol. [28] Tepelně aktivované procesy, mezi které patří i slinování, poté mohou u takto kontaminované suspenze způsobit vznik skelné fáze CaO. Tato skelná fáze poté může zaplnit případnou pórovitost keramického tělesa a tím pozitivně ovlivnit výslednou relativní hustotu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramických součástí.

Existence skelné fáze nebyla potvrzena pomocí metod použitých při vypracovávání této bakalářské práce. Pro důkladnější prozkoumání případného vymývání Ca ze sádrových forem by bylo vhodné keramické vzorky odlité na tuto formu podrobit zkoušce tvrdosti podle Vickerse, popřípadě ověřit přítomnost vápníku energiově dispersní RTG spektroskopií.

Výsledná relativní hustota keramických těles stoupá s rostoucí teplotou slinování, jak udává *tab. 4*. Stejné chování, dané převážně vlastnostmi použitého prášku, bylo garantováno i výrobcem, viz *obr. 16*. Námi vyrobená keramická tělesa dosahovala po slinutí vyšších hodnot relativních hustot, než vzorky připravené výrobcem prášku. Ten například udává pro vzorky slinované při teplotě 1550 °C výslednou relativní hustotu nepřekračující 90 % [24], zatímco námi vytvořená tělesa slinovaná při téže teplotě dosahovala hustoty 99,4%. Vzorky použité v této práci byly navíc slinovány po dobu jedné hodiny bez přídavného tlaku, zatímco vzorky připravené výrobcem prášku byly slinovány 2 hodiny s přídavným tlakem 29,4 MPa.

Z těchto faktů může být vyvozeno, že výroba keramických těles pomocí metody suspenzního lití na nasákavou formu vede k dosažení vyšší relativní hustoty při slinování na stejné teplotě, bez použití přídavného tlaku, a při snížení slinovacího času na polovinu. Všechny tato fakta mohou mít má za následek snížení provozních nákladů a zjednodušení celého výrobního procesu.

## 7 ZÁVĚRY

Při zpracování této bakalářské práce bylo ověřeno, že pro experimentální přípravu keramických těles z oxidu hlinitého ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) pro balistické účely se metoda suspenzního lití na nasákavou formu jeví jako vhodná. Celý proces výroby keramických těles byl optimalizován tak, aby jejich výsledná relativní hustota přesahovala 99 % a mikrostruktura vykazovala co nejmenší střední velikost zrna  $D_{50}$ .

Při optimalizaci výrobního procesu bylo dosaženo těchto dílčích výsledků:

- Použití čistě sádrové formy pro odlévání keramických suspenzí vedlo k příliš rychlému odvodu vlhkosti ze suspenze a silné erozi povrchu formy způsobené vodou v ní obsaženou.
  - Vysoká rychlost vsakování vody ze suspenze vedla ke vzniku prasklin a deformací sušeného keramického vzorku. Eroze způsobená vodou způsobovala vymývání sádry a tím kontaminaci keramického green body. Použitá cementová forma velmi dobře odolávala erozi, ale dosahovala příliš nízkých rychlostí vsakování vody.
  - Z těchto důvodů se přešlo k výrobě sádro-cementových forem, přičemž optimální kombinace rychlosti vsakování vody z keramické suspenze do formy a odolnosti proti erozi vykazovala forma obsahující 95 hm.% sádry a 5 hm.% cementu.
- Slinování vzorků odlitých na formu sádra/cement 95/5 odhalilo, že nejvhodnější slinovací teplota je  $1550^\circ\text{C}$  při výdrži 1 hodinu. Po tomto slinovacím cyklu mají již keramická tělesa dostatečnou relativní hustotu (99,1 %) spolu s dostatečně nízkou střední velikostí zrna ( $1,18\text{ }\mu\text{m}$ ). Při slinování keramických těles vyššími teplotami již nedocházelo k výraznému zvýšení relativní hustoty a navíc takto slinované vzorky vykazovaly nárůst velikosti zrna, proto se zvýšení slinovací teploty prokázalo jako nevhodné.

Dalším krokem v optimalizaci výrobního procesu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramických destiček pro balistické testování metodou suspenzního lití na nasákavou formu by měla být modifikace sušicího procesu se zaměřením na vliv působení okolní teploty, relativní vlhkosti, nebo rychlost proudění okolního vzduchu na rychlost vysychání keramického green body..

Keramické destičky vyrobené metodou suspenzního lití popsanou v této práci budou podrobeny balistickým testům, na základě jejichž výsledků bude případně přistoupeno k dalším modifikacím výrobního procesu.

## 8 POUŽITÁ LITERATURA

- [1] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu 1. 2.*, opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-7204-283-1.
- [2] YADAV, S a G RAVICHANDRAN. Penetration resistance of laminated ceramic/polymer structures. *International Journal of Impact Engineering*[online]. 2003, vol. 28, issue 5, s. 557-574 [cit. 2015-05-26]. DOI: 10.1016/s0734-743x(02)00122-7.
- [3] XAVIER, C a C COSTA. Study on mechanical behavior of alumina plates under ballistic impact. *Cerâmica*[online]. 1984, vol. 30, issue 30, s. 161-168 [cit. 2015-02-12].
- [4] EDITOR, Lisa Prokurat Franks a Tatsuki Ohji VOLUME EDITORS. *Advances in Ceramic Armor IV*. Hoboken: John Wiley & Sons, 2009. ISBN 0470456272.
- [5] HEIMANN, Robert B. *Classic and advanced ceramics: from fundamentals to applications*. Weinheim: Wiley-VCH, c2010, xix, 553 s. ISBN 978-3-527-32517-7.
- [6] NAKAHIRA, Kenji, Tadashi HOTTA, Makio NAITO, Nobuhiro SHINOHARA, Yong-ick CHO, Shigemi KATORI, Hideyuki EMOTO, Tetsuo YAMADA, Takashi TAKAHASHI, Masataro OKUMIYA, Chie KUMAGAI a Keizo UEMATSU. Characterization of coarse particles in alumina powders by a wet sieving method. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2003, vol. 23, issue 10, s. 1661-1666 [cit. 2015-05-26]. DOI: 10.1016/s0955-2219(02)00361-8.
- [7] RICHERSON, David W. *Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design*. 2nd ed., rev. and expanded. New York: M. Dekker, c1992, xv, 860 p. ISBN 0824786343.
- [8] CARTER, C a M NORTON. *Ceramic materials: science and engineering*. 2nd ed. New York: Springer, c2013, xxxiii, 766 s. ISBN 9781461435228.
- [9] RING, Terry A. *Fundamentals of ceramic powder processing and synthesis*. San Diego: Academic Press, c1996, xxii, 961 p. ISBN 0125889305.
- [10] RAHAMAN, M. *Ceramic processing*. Boca Raton, FL: CRC/Taylor & Francis, c2007, 473 p. ISBN 9780849372858.
- [11] CALLISTER, William D a David G RETHWISCH. *Materials science and engineering: an introduction*. 8th ed. /. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, c2010, xxiii, 885, [82] p. ISBN 0470419970.
- [12] ASKELAND, Donald R. *The science and engineering of materials*. 6th ed. London: Chapman & Hall, 1996, xvii, 854 s. ISBN 0412539101.
- [13] NGUYEN, Quang Minh a Takehiko TAKAHASHI. *Science and technology of ceramic fuel cells*. New York: Elsevier Science, 1995, xii, 366 p. ISBN 044489568x.

- [14] RAHAMAN, M. *Ceramic processing and sintering*. 2nd ed. New York: M. Dekker, c2003, xiii, 875 p. Materials engineering (Marcel Dekker, Inc.), 23. ISBN 0824709888-.
- [15] GUO, Xu. *Gel casting of high strength ceramics* [online]. Göteborg, Sweden, 2011 [cit. 2015-04-01]. Dostupné z: <http://publications.lib.chalmers.se/records/fulltext/151581.pdf>. Diplomová práce. Chalmers University of Technology. Vedoucí práce Erik Adolfsson
- [16] GHOSAL, Sarbajit, Abbas EMAMI-NAEINI, Ywh-Pyng HARN, Barry S. DRASKOVICH a John P. POLLINGER. A Physical Model for the Drying of Gelcast Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 1999, vol. 82, issue 3, s. 513-520 [cit. 2015-05-26]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1999.tb01795.x.
- [17] RAK, Z. S. Advanced forming techniques in ceramic [online]. c2000 [cit. 2015-04-01]. <<ftp://ftp.ecn.nl/pub/www/library/report/2000/rx00003.pdf>>
- [18] ETH. *ETH Zurich: Swiss Federal institute of technology Zurich* [online]. 2015 [cit. 2015-05-26]. Dostupné z: [http://www.nonmet.mat.ethz.ch/research/Colloidal\\_Chemistry\\_Ceramic\\_Processing/Colloidal\\_Forming\\_Techniques/Figure1?hires](http://www.nonmet.mat.ethz.ch/research/Colloidal_Chemistry_Ceramic_Processing/Colloidal_Forming_Techniques/Figure1?hires)
- [19] MOON, Haksung. *Slip-casting method of fabricating zirconia blanks for milling into dental appliances* [patent]. 12/290,089, US 2009/0115084 A1. Uděleno 7. 5. 2009. Dostupné z: [http://www.faqs.org/patents/imgfull/20090115084\\_06](http://www.faqs.org/patents/imgfull/20090115084_06)
- [20] BOOTHROYD, Peter a Xuân Nam PHAM. *Socioeconomic renovation in Viet Nam: the origin, evolution, and impact of doi moi*. Singapore: Institute of Southeast Asian Studies, 2000, xv, 174 p.
- [21] SHEN, James Zhijian a Tomaž KOSMAČ. *Advanced ceramics for dentistry*. 1st ed. Waltham, MA: Elsevier/BH, 2014, xiv, 402 p. ISBN 0123946190.
- [22] RAJPUT, R. K. *Textbook of engineering thermodynamics SI Units*. 4th. Bangalore: Laxmi Publications, 2010. ISBN 813180058x.
- [23] Food engineering. *Mendelova univerzita v Brně* [online]. 2014 [cit. 2015-05-26]. Dostupné z: [http://web2.mendelu.cz/af\\_291\\_projekty2/vseo/stranka.php?kod=2259](http://web2.mendelu.cz/af_291_projekty2/vseo/stranka.php?kod=2259)
- [24] Sumitomo Chemical: Creative Hybrid Chemistry For a Better Tomorrow. ©2015 Sumitomo Chemical Co.,Ltd. [online]. 2015 [cit. 2015-05-17]. Dostupné z: <http://www.sumitomo-chem.co.jp/english/>
- [25] ROLEČEK, J. *Příprava keramických materiálů se zvýšenou tepelnou vodivostí pro jaderné aplikace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014. 60 s. Vedoucí diplomové práce Ing. David Salamon, Ph.D..
- [26] ČSN EN 993-1: Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné – Část 1: Stanovení objemové hmotnosti, zdánlivé pórovitosti a skutečné pórovitosti. Český normalizační institut, 1996

- [27] ČSN EN 623-3. Speciální technická keramika - Monolitická keramika - Všeobecné a strukturální vlastnosti - Část 3: Stanovení velikosti zrn. Praha: Český normalizační institut, 2007.
- [28] AKIVA, Ran, Alex BERNER a Wayne D. KAPLAN. The Solubility Limit of CaO in  $\alpha$ -Alumina at 1600°C. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 2013, n/a-n/a [cit. 2015-05-20]. DOI: 10.1111/jace.12442.

## SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

Zkratka	Jednotka	Popis
AES-11	[-]	komerční $\text{Al}_2\text{O}_3$ prášek firmy Sumitomo Chemicals
DCC	[-]	lití s přímou koagulací
EDP	[-]	elektroforetická depozice
FDC	[-]	fused deposition modeling pro keramické aplikace
FDM	[-]	fused deposition modeling
IEB	[-]	isoelektrický bod
PLA	[-]	kyselina polymléčná
PS	[-]	polystyren
PVA	[-]	polyvinylalkohol
PZT	[-]	piezoelektrická keramická vlákna
RP	[-]	rapid prototyping
SLA	[-]	stereolytografie
hm. %	[%]	hmotnostní procenta

Symbol	Jednotka	Popis
$D_{50}$	[m]	střední velikost zrna
R	$[\text{J} \cdot \text{K} \cdot \text{mol}^{-1}]$	univerzální plynová konstanta
T	[K]	absolutní teplota
$T_a$	[K]	teplota sušícího vzduchu
$T_w$	[K]	wet-bulb teplota
$V_m$	$[\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}]$	molární objem
$m_m$	[kg]	hmotnost vzorku ponořeného do kapaliny

Symbol	Jednotka	Popis
$m_o$	[kg]	hmotnost osušeného vzorku
$m_s$	[kg]	hmotnost vysušeného vzorku
$p_a$	[Pa]	parciální tlak
$p_o$	[Pa]	tlak páry nad plochým povrchem
pH	[-]	vodíkový exponent
$p_w$	[Pa]	saturovaný tlak
$r_L$	[m]	poloměr velkého póru
$r_m$	[m]	poloměr kapalného menisku
$r_s$	[m]	poloměr malého póru
$\gamma_{LV}$	[N·m <sup>-1</sup> ]	povrchové napětí na rozhraní kapalně a plynné složky
$\rho$	[kg·m <sup>-3</sup> ]	hustota
$\rho_{H_2O}$	[kg·m <sup>-3</sup> ]	hustota vody
$\rho_{rel}$	[%]	relativní hustota
$\rho_{teor}$	[kg·m <sup>-3</sup> ]	teoretická hustota